



ΕΦΗΜΕΡΙΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ

ΤΗΣ ΕΛΛΗΝΙΚΗΣ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑΣ

Α Θ Η Ν Α
24 ΙΟΥΝΙΟΥ 1986

ΤΕΥΧΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ

ΑΡΙΘΜΟΣ ΦΥΛΛΟΥ
422

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ & ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

Αριθ. 370/86

Κατάργηση του Π.Δ. 446/83 σε συμμόρφωση προς τις οδηγίες 82/242/ΕΟΚ, 82/243/ΕΟΚ και 86/94/ΕΟΚ, οι οποίες τροποποιούν τις οδηγίες του Συμβουλίου 73/404/ΕΟΚ και 73/405/ΕΟΚ.

(Συνεδρίαση 4.3.1986)

ΓΕΝΙΚΟ ΧΗΜΕΙΟ ΚΡΑΤΟΥΣ
ΑΝΩΤΑΤΟ ΧΗΜΙΚΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ

Έχοντας υπόψη:

1. Το έγγραφο του Γενικού Χημείου του Κράτους αριθ. 200/1986 της Δ/σης Ελέγχου Ρύπανσης Περιβάλλοντος.

2. Τις διατάξεις του άρθρου 1 παρ. 1 και 3 του Ν. 1338/1983 «Εφαρμογή του κοινοτικού δικαίου» (ΦΕΚ 34/τ. Α'/17.3.1983) όπως τροποποιήθηκε και συμπληρώθηκε με το άρθρο 6 του Ν. 1440/1984 «συμμετοχή της Ελλάδας στο κεφάλαιο, στα αποθεματικά και στις προβλέψεις της Ευρωπαϊκής Τράπεζας Επενδύσεων, στο Κεφάλαιο της Ευρωπαϊκής Κοινότητας Άνθρακος και Χάλυδος και του Οργανισμού Εφοδιασμού ΕΥΡΑΤΟΝ» (ΦΕΚ 70/τ. Α/21.5.84).

3. Το εδάφιο 8 της παρ. 8 του άρθρου 6 του Νόμου 4328/1929 «περί συστάσεως του Γενικού Χημείου του Κράτους», όπως τροποποιήθηκε και συμπληρώθηκε με την Α.Ν. 754/1937 (άρθρο 3 παρ. 2 και 3) (ΦΕΚ 247/τ. Α/1937).

4. Το άρθρο 4 του Διατάγματος της 31 Οκτωβρίου 1929 «περί κανονισμού της λειτουργίας και των εργασιών του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου» (ΦΕΚ 391/τ. Α/31.10.1929).

5. Το Νόμο 115/1975 «περί τροποποιήσεως διατάξεων των Ν. 4328/1929» (ΦΕΚ 172/τ. Α/20.8.1975).

6. Την απόφαση των Υπουργών Προεδρίας και Οικονομικών για αναμόρφωση συλλογικών οργάνων γνωμοδοτικής και αποφασιστικής αρμοδιότητας του Υπουργείου Οικονομικών αριθ. 0.208/181 (ΦΕΚ 214/τ. Β/1982).

7. Την υπ' αριθ. 20862/2.8.85 κοινή απόφαση του Πρωθυπουργού και του Υπουργού Εθνικής Οικονομίας «Ανάθεση αρμοδιοτήτων στους Υφυπουργούς Εθνικής Οικονομίας» (ΦΕΚ 481/τ. Β/2.85), αποφασίζουμε:

Κατάργηση του Π.Δ/τος 446/83, σε συμμόρφωση με τις οδηγίες 82/242/ΕΟΚ, 82/243/ΕΟΚ και 86/94/ΕΟΚ, οι οποίες τροποποιούν τις Οδηγίες του Συμβουλίου 73/404/ΕΟΚ και 73/405/ΕΟΚ.

Άρθρο 1.

Σκοπός της απόφασης αυτής είναι η προσαρμογή της Ελληνικής Νομοθεσίας προς τις Οδηγίες του Συμβουλίου των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων 73/404/ΕΟΚ, της 22 Νοεμβρίου 1973 «περί προσεγγίσεως των νομοθεσιών των Κρατών μελών των αναφερομένων στα απορρυπαντικά» και 73/405/ΕΟΚ, της 22 Νοεμβρίου 1973 «περί προσεγγίσεως των νομοθεσιών των Κρατών μελών των αναφερομένων στις μεθόδους ελέγχου της βιοδιασπασιμότητας των ανιονικών τασινεργών ουσιών» όπως έχουν τροποποιηθεί και συμπληρωθεί με τις Οδηγίες του Συμβουλίου 82/242/ΕΟΚ, 82/243/ΕΟΚ και 86/94/ΕΟΚ.

Άρθρο 2.

ΓΕΝΙΚΕΣ ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ

1. Σύμφωνα με την έννοια της απόφασης αυτής σαν απορρυπαντικό εννοείται κάθε προϊόν, του οποίου η σύνδεση έχει ειδικά μελετηθεί για να συμβάλει στην ανάπτυξη των φαινομένων απορρύπανσης και το οποίο περιλαμβάνει κύρια συστατικά (τασινεργικά) και γενικά πρόσθετα συστατικά (συνεργιστικά, ενισχυτικά, προσδετικά, υλικά πλήρωσης και άλλα βοηθητικά συστατικά).

2. Απαγορεύεται να διατεθούν στην αγορά και να χρησιμοποιηθούν, απορρυπαντικά, των οποίων η μέση τιμή βιοδιασπασιμότητας των τασινεργών ουσιών που περιέχουν είναι κάτω του 90% για κάθε μία από τις ακόλουθες κατηγορίες: ανιανικά, κατιονικά, μη ιονικά και αμφολύτις.

Η χρησιμοποίηση τασιενεργών ουσιών με μέση τιμή βιοδιασπασιμότητας όχι μικρότερη του 90% δεν πρέπει να είναι, με τις συνηθισμένες συνθήκες χρησιμοποίησης, επιβλαβής για την υγεία των ανθρώπων ή των ζώων.

3. Δεν είναι δυνατό, για λόγους που αφορούν την βιοδιασπασιμότητα ή τοξικότητα τασιενεργών ουσιών, εφόσον πληρούν τους όρους της παρούσας, να περιορισθεί ή να παρεμποδισθεί η κυκλοφορία και η χρήση απορρυπαντικών.

4. Η διαπίστωση της κανονικότητας ενός απορρυπαντικού όσον αφορά τη μέση τιμή βιοδιασπασιμότητας του που αναφέρεται στην ανωτέρω παραγραφή 2 διαπιστώνεται με τις μεθόδους ελέγχου που αναφέρονται στο άρθρο 3 για τις ανιονικές τασιενεργές ουσίες και στο άρθρο 4 για τις μη ιονικές καθώς και με τις μεθόδους των άλλων κατηγοριών, που θα καθοριστούν με άλλες αποφάσεις.

Στις εν λόγω μεθόδους λαμβάνεται υπόψη η πιθανότητα ανακρίβειας των μεθόδων και καθορίζονται τα σχετικά όρια ανοχής.

5. α. Εάν διαπιστωθεί βάσει των μεθόδων ελέγχου που αναφέρονται στο ανωτέρω 2 παραγρ. 4 ότι ένα απορρυπαντικό δεν ανταποκρίνεται στις απαιτήσεις τις προβλεπόμενες από το άρθρο 2 παραγρ. 2, απαγορεύεται με απόφαση του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου η θέση σε κυκλοφορία και η χρήση αυτού.

β. Σε περίπτωση που αποφασίζεται η απαγόρευση της κυκλοφορίας και η χρήση ενός απορρυπαντικού, το Γενικό Χημείο του Κράτους ενημερώνει αμέσως γι' αυτό το Κράτος μέλος, από το οποίο προέρχεται το προϊόν, καθώς και την Επιτροπή των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων, αναφέροντας τους λόγους της απόφασης αυτής και τις λεπτομέρειες των ελέγχων που αναφέρονται στην παράγραφο 5α του άρθρου αυτού.

Στην περίπτωση αυτή τηρείται η διαδικασία του άρθρου 5 της Οδηγίας 73/404/ΕΟΚ.

6. Το Γενικό Χημείο του Κράτους γνωστοποιεί στα άλλα Κράτη μέλη καθώς και στην Επιτροπή των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων το ή τα εργαστήριά του που εξουσιοδοτούνται από τον Υπουργό Οικονομικών να πραγματοποιούν τους ελέγχους σύμφωνα με τις μεθόδους αναφοράς που προβλέπονται από το άρθρο 2 παράγραφος 4.

7. α. Στη συσκευασία με την οποία τα απορρυπαντικά φέρνεται για πώληση στον καταναλωτή, αναγράφονται με ευανάγνωστα, ευδιάκριτα και ανεξίτηλα στοιχεία οι ακόλουθες ενδείξεις.

- Η ονομασία του προϊόντος

- Η ονομασία ή η εμπορική επωνυμία και η διεύθυνση ή το κατατεθειμένο σήμα του υπεύθυνου για τη θέση του προϊόντος στην κυκλοφορία.

Οι ίδιες πληροφορίες αναγράφονται σε όλα τα έγγραφα που συνοδεύουν τα απορρυπαντικά τα οποία μεταφέρονται χύμα.

β. Πάνω στη συσκευασία των απορρυπαντικών που μπαίνουν στην κυκλοφορία, αναγράφονται οι ενδείξεις που καθορίζονται στην ανωτέρω παράγραφο στην Ελληνική γλώσσα, ή και στην Ελληνική γλώσσα.

Άρθρο 3

ΒΙΟΔΙΑΣΠΑΣΙΜΟΤΗΤΑ ΑΝΙΟΝΙΚΩΝ ΤΑΣΙΕΝΕΡΓΩΝ ΟΥΣΙΩΝ

Το άρθρο αυτό αναφέρεται στις μεθόδους ελέγχου της βιοδιασπασιμότητας των ανιονικών τασιενεργών ουσιών που περιέχονται στα απορρυπαντικά που αναφέρονται στο άρθρο 2 παραγρ. 1 της παρούσας.

1. Σύμφωνα με τις προδιαγραφές του άρθρου 2 παραγρ. 4 της παρούσας απαγορεύεται η διάθεση στην αγορά και η χρησιμοποίηση ενός απορρυπαντικού, αν η μέτρηση του βαθμού της βιοδιασπασιμότητας των ανιονικών τασιενεργών συστατικών του απορρυπαντικού αυτού δίνει ποσοστό κατώτερο από 80%. Η μέτρηση αυτή εκτελείται σύμφωνα με μία από τις ακόλουθες μεθόδους:

- τη μέθοδο του ΟΟΣΑ, η οποία δημοσιεύθηκε στην τεχνική έκθεση του ΟΟΣΑ της 11ης Ιουνίου 1976 "Πρόταση μεθόδου προσδιορισμού της βιοδιασπασιμότητας των τασιενεργών ουσιών που χρησιμοποιούνται στα συνθετικά απορρυπαντικά".

- τη μέθοδο που ισχύει στη Γερμανία, η οποία καθιερώθηκε με τον κανονισμό "VERORDNUNG UBER DIE ABBAUBARKEIT ANIONISCHER UND NICHTIONISCHER GRENZFLACHENAKTIVER STOFFE IN WASCH UND REINIGUNGSMITTELEN" της 30ης Ιανουαρίου 1977, ποδ δημοσιεύθηκε στο BUNDESGESETZBLATT 1977, μέρος Ι, σ. 244

- όπως περιγράφεται στον κανονισμό για την τροποποίηση του παραπάνω κανονισμού, της 18ης Ιουνίου 1980, που δημοσιεύθηκε στο BUNDESGESETZBLATT 1980, μέρος Ι, σ. 706.

τη μέθοδο που ισχύει στη Γαλλία, η οποία εγκρίθηκε με το διάταγμα της 28ης Δεκεμβρίου 1977, που δημοσιεύθηκε στο JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE FRANCAISE της 18ης Ιανουαρίου 1978, σ. 514 και 515, και με το πειραματικό πρότυπο T 73-260, Ιούνιος 1981, έκδοση της ASSOCIATION FRANCAISE DE NORMALISATION (AFNOR).

- τη μέθοδο που ισχύει στο Ηνωμένο Βασίλειο με την ονομασία "POROUS POT TEST", η οποία περιγράφεται στην Τεχνική Έκθεση αριθ. 70 (1978) του WATER RESEARCH CENTRE.

2. Κατά τη διαδικασία που προβλέπεται στο άρθρο 2 παράγραφος 5β της παρούσας, η γνώμη του εργαστηρίου σ' ότι αφορά τις ανιονικές τασιενεργές ουσίες πρέπει να βασίζεται στη μέθοδο αναφοράς ("επιβεβαιωτική δοκιμή") που περιγράφεται στο παράρτημα 1 της παρούσας Απόφασης.

Άρθρο 4

ΒΙΟΔΙΑΣΠΑΣΙΜΟΤΗΤΑ ΜΗ ΙΟΝΙΚΩΝ ΤΑΣΙΕΝΕΡΓΩΝ ΟΥΣΙΩΝ

1. Το άρθρο αυτό αναφέρεται στις μεθόδους ελέγχου της βιοδιασπασιμότητας των μη ιονικών τασιενεργών ουσιών οι οποίες υπάρχουν στα απορρυπαντικά στο άρθρο 2 παραγρ. 1 της παρούσας.

Σύμφωνα με τις προδιαγραφές του άρθρου 2 παραγρ. 4 της παρούσας απαγορεύεται η διάθεση στην αγορά και η χρήση ενός απορρυπαντικού αν η μέτρηση του βαθμού βιοδιασπασιμότητας των μη ιονικών τασιενεργών συστατικών του απορρυπαντικού αυτού δίνει ποσοστό κατώτερο από 80%.

Η μέτρηση αυτή γίνεται με μία από τις ακόλουθες μεθόδους:

- τη μέθοδο του ΟΟΣΑ, η οποία δημοσιεύθηκε στην τεχνική έκθεση του ΟΟΣΑ της 11ης Ιουνίου 1976 "Πρόταση μεθόδου προσδιορισμού της βιοδιασπασιμότητας των τασιενεργών ουσιών που χρησιμοποιούνται στα συνθετικά απορρυπαντικά",

- τη μέθοδο που ισχύει στη Γερμανία, η οποία καθιερώθηκε με τον κανονισμό "VERORDNUNG UBER DIE ABBAUBARKEIT ANIONISCHER UND NICHTIONISCHER GRENZFLACHENAKTIVER STOFFE IN WASCH UND REINIGUNGSMITTELEN" της 30ης Ιανουαρίου 1977, που δημοσιεύθηκε στο BUNDESGESETZBLATT 1977, μέρος Ι, σ. 244-όπως περιγράφεται στον κανονισμό για την τροποποίηση του παραπάνω κανονισμού, της 18ης Ιουνίου 1980, που δημοσιεύθηκε στο BUNDESGESETZBLATT 1980, μέρος Ι, σ. 706,

- τη μέθοδο που ισχύει στη Γαλλία, η οποία εγκρίθηκε με το διάταγμα της 28ης Δεκεμβρίου 1977, που δημοσιεύθηκε στο JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE FRANCAISE της 18ης Ιανουαρίου 1978, και με το πειραματικό πρότυπο T 73-270 Μάρτιος 1974, έκδοση της ASSOCIATION FRANCAISE DE NORMALISATION (AFNOR).

- τη μέθοδο που ισχύει στο Ηνωμένο Βασίλειο με την ονομασία "POROUS POT TEST", η οποία περιγράφεται στην Τεχνική Έκθεση αριθ. 70 (1978) του WATER RESEARCH CENTRE.

2. Κατά τη διαδικασία που προβλέπεται στο άρθρο 2 παραγράφος 5β της παρούσας η γνώμη του εργαστηρίου σ' ότι αφορά τις μη ιονικές τασιενεργές ουσίες πρέπει να βασίζεται στη μέθοδο αναφοράς ("επιβεβαιωτική δοκιμή") που περιγράφεται στο παράρτημα ΙΙ της παρούσας Απόφασης.

3. Μέχρι τις 31 Δεκεμβρίου 1989.

Τα ακόλουθα προϊόντα εξαιρούνται από τους όρους του άρθρου 2 παραγρ. 2 πρώτο εδάφιο της παρούσας :

α) Προϊόντα προσθήκης οξειδίων, χάλκινων σε αλκοόλες, αλκυλοαινόλες, γλυκόλες, πολυόλες, λιπαρά οξέα, αμύδια ή αμίνες, τα οποία δημιουργούν λίγο ατμό και τα οποία χρησιμοποιούνται σε προϊόντα πλυντηρίων πιάτων.

β) αιθέρες των αλκυλίων και των αλκυλοαλκυλοαλκυλοαλκυλίων, δεσμευμένοι στο τέλος της ανθρακίσκου και ανθεκτικοί στα αλκάλια, και ουσίες των τύπων του σημείου α) που χρησιμοποιούνται σε προϊόντα καθαρισμού προαριζόμενα για τις βιομηχανίες τροφίμων, ποτών και μεταλλουργίας.

4. Η ανωτέρω παράγραφος 3 εφαρμόζεται, στις προαναφερόμενες μη ιονικές τασιενεργές ουσίες που διατίθενται στην αγορά μετά τις 30 Σεπτεμβρίου 1983 μόνο αν οι ουσίες αυτές έχουν βαθμό βιοδιασπαισιμότητας μεγαλύτερο απ'ότι οι υπάρχουσες ουσίες που προορίζονται για την ίδια χρήση.
5. Η χρήση των μη ιονικών τασιενεργών ουσιών που αποτελούν αντικείμενο προσωρινής παρεκκλίσεως και αναφέρονται στις παραγράφους 3 και 4 δεν πρέπει να είναι, υπό κανονικές συνθήκες χρήσεως, βλαβερή για την υγεία των ανθρώπων ή των ζώων.

Άρθρο 5

Με πρόστιμο από 20.000 μέχρι 500.000 δραχ., τιμωρούνται με Απόφαση του οικείου Νομάρχη, οι παραβάτες των διατάξεων της παρούσας Απόφασης. Τα πρόστιμα που προβλέπονται από το άρθρο αυτό επιβάλλονται μόνον εφόσον οι εξηγήσεις που θα κληθεί να παράσχει ο εγκαλούμενος στην Αρμόδια Αρχή δεν κριθούν ικανοποιητικές.

Άρθρο 6

Η εφαρμογή των διατάξεων της παρούσας ανατίθεται στο Υπουργείο Οικονομικών-Γενικό Χημείο Κράτους.

Άρθρο 7

Τα παραρτήματα των οδηγιών 82/242, 82/243 και 86/94 προσαρτώνται και αποτελούν αναπόσπαστο μέρος της παρούσης.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΒΙΟΔΙΑΣΠΑΣΙΜΟΤΗΤΑΣ ΤΩΝ ΑΝΙΟΝΙΚΩΝ ΤΑΣΙΕΝΕΡΓΩΝ ΟΥΣΙΩΝ

Μέθοδος άναφοράς (επιβεβαιωτική δοκιμή)

ΚΕΦΑΛΑΙΟ Ι

1.1. Όρισμός

Κατά την έννοια της παρούσας Απόφασης, ιονικές τασιενεργές ουσίες είναι οι τασιενεργές ουσίες που, έπειτα από διέλευση από κατιονικούς και άνιονικούς ανταλλάκτες ιόντων, διαχωρίζονται με κλασματική έκλυση και προσδιορίζονται ως ουσίες που αντιδρούν με το κυανό του μεθυλενίου (MBAS) σύμφωνα με τη μέθοδο ανάλυσης που περιγράφεται στο κεφάλαιο 3.

1.2. Άναγκαίος εξοπλισμός

Η μέθοδος μετρήσεως βασίζεται στη χρησιμοποίηση της εγκαταστάσεως ενεργοποιημένης υλός, η οποία παρίσταται στο σχήμα 1 και λεπτομερέστερα στο σχήμα 2.

Ο εξοπλισμός αποτελείται από, δοχείο αποθήκευσης Α για συνθετικό λύμα, δοσιμετρική αντλία Β, δοχείο άερισμού C, δοχείο μεταγίσεως υλός D, άεραντλία Ε για άνακύκλωση της ενεργοποιημένης υλός και δοχείο F για συλλογή του μετά την κατεργασία έκκρεντος υγρού.

Τα δοχεία Α και F πρέπει να είναι κατασκευασμένα από γυαλί ή κατάλληλο πλαστικό και να έχουν χωρητικότητα τουλάχιστον 24 λίτρων. Η αντλία Β πρέπει να εξασφαλίζει την κανονική τροφοδότηση του δοχείου άερισμού με συνθετικό λύμα. Το δοχείο τοιούτο, κατά τη διάρκεια κανονικής λειτουργίας, πρέπει να περιέχει 3 λίτρα μίγματος. Παρόδες γυάλινο εξάρτημα άερισμού G πρέπει να είναι άναρτημένο στο έσωτερικό του δοχείου C, στην κορυφή του κώνου. Η ποσότητα του άερα ή όποια διοχετεύεται από το εξάρτημα άερισμού G πρέπει να μετρείται με τη βοήθεια μετρητή ροής Η.

1.3. Συνθετικό λύμα

Για τη δοκιμή αυτή χρησιμοποιείται συνθετικό λύμα.

Διαλύονται τα έξης, κατά λίτρο νερού της έρισης:

- 160 mg πεπτόνη,
- 110 mg εκχύλισμα κρέατος,
- 30 mg ούρια ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$),
- 7 mg χλωριοόχο νάτριο (NaCl),
- 4 mg χλωριοόχο άσθενιο ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),
- 2 mg θειικό μαγνήσιο ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),
- 28 mg μονόξυνο φωσφορικό κάλιο (K_2HPO_4),
- 20 ± 2 mg MBAS.

Η MBAS παραλαμβάνεται από το δοκιμαζόμενο προϊόν με τη μέθοδο του κεφαλαίου 2. Το συνθετικό λύμα παρασκευάζεται καθημερινά.

1.4. Παρασκευή των δειγμάτων

1.4.1. Οι άπλες τασιενεργές ουσίες μπορούν να εξετάζονται όπως έχουν. Προκειμένου να παρασκευασθεί το συνθετικό λύμα (1.3), πρέπει να προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε MBAS.

1.4.2. Τα σύνθετα προϊόντα υφίστανται άνάλυση για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητάς τους σε MBAS και σαπούνι. Γίνεται εκχύλιση με άλκοολη και διαχωρισμός της MBAS (βλ. κεφάλαιο 2). Η περιεκτικότητα του εκχυλίσματος σε MBAS πρέπει να είναι γνωστή προκειμένου να παρασκευασθεί το συνθετικό λύμα.

1.5. Λειτουργία της εγκαταστάσεως

Άρχικά γεμίζεται με συνθετικό λύμα το δοχείο άερισμού C και το δοχείο μεταγίσεως υλός D. Το δοχείο D πρέπει να στερεώνεται στο κατάλληλο ύψος, ώστε ο περιεχόμενος όγκος στο δοχείο άερισμού C να είναι 3 λίτρα. Εισάγονται 3 ml δευτερεύοντα λύματα καλής ποιότητας που παρελήφθησαν πρόσφατα από εγκατάσταση κατεργασίας ύδρουλμάτων, κυρίως οικιακών. Τα λύματα πρέπει να διατηρούνται σε άερόδεις συνθήκες κατά το διάστημα που μεσολαβεί από τη δειγματοληψία ως τη χρήση. Τίθεται έπειτα σε λειτουργία το σύστημα άερισμού C, η άεραντλία Ε και η δοσιμετρική αντλία Β. Το συνθετικό λύμα πρέπει να διέρχεται διά του δοχείου άερισμού C με ρυθμό 1 λίτρου ανά ώρα, πράγμα το όποιο συνεπάγεται μέσο χρόνο κατατροπικής τρείς ώρες.

Η ταχύτητα άερισμού πρέπει να ρυθμίζεται κατά τρόπο ώστε το περιεχόμενο του δοχείου C να έρρεται συνεχώς εν αιώρησι και το διαλυμένο όξυγόνο να άνέρχεται τουλάχιστον σε 2 mg

ανά λίτρο. Ο άφρισμός πρέπει να έμμοδίζεται με κατάλληλα μέσα. Παρόντες παρεμποδιστές του άφρισμού, οι όποιοι έδρουν άνασταλτικά στην ενεργοποιημένη υλός ή περιέχουν MBAS, δεν πρέπει να χρησιμοποιοούνται. Η λειτουργία της άεραντλίας Ε πρέπει να ρυθμίζεται ώστε η ενεργοποιημένη υλός να άνοικυκλώνεται συνεχώς και κανονικά από το δοχείο μεταγίσεως D στο δοχείο άερισμού C. Η υλός που συσσωρεύεται γύρω από την κορυφή του δοχείου άερισμού C, στη βάση του δοχείου μεταγίσεως D ή στο κύκλωμα κυκλοφορίας πρέπει να άπαιναφύρεται στην κυκλοφορία τουλάχιστον μία φορά την ήμέρα με τη βοήθεια ψηκτρας ή άλλου κατάλληλου μέσου. Άν η υλός δεν κατακαθίζεται, μπορεί να αύξηθεί η περιεκτικότητά της με διάλυμα τριχλωροόχου σιδήρου 5 % προστιθέμενο κατά μικρά ποσά (2 ml). Άν είναι άπαραίτητο, η προσθήκη άπαιναλαμβάνεται.

Τό όγρο ποό έκρέει από το δοχείο μεταγίσεως D συλλέγεται στο δοχείο F επί 24 ώρες και άκολούθως λαμβάνεται δείγμα του μετά από όμογενοποίηση του μίγματος. Κατόπιν το δοχείο F πρέπει να καθαρίζεται έπιμελως.

Έλεγχος της συσκευής μετρήσεως

Η περιεκτικότητα του συνθετικού λύματος σε MBAS (σε mg/l) προσδιορίζεται άμέσως πριν χρησιμοποιοηθεί.

Η περιεκτικότητα σε MBAS (σε mg/l) του υγρού ποό συλλέγεται ανά 24ωρο στο δοχείο F πρέπει να προσδιορίζεται με την ίδια άναλυτική μέθοδο, άμέσως μετά τη συλλογή, άλλως τα δείγματα πρέπει να διατηρούνται κατά προτίμηση κατεψυγμένα. Η συγκέντρωση πρέπει να προσδιορίζεται με άκρίβεια 0,1 mg/l MBAS.

Πρός έλεγχο της άποτελεσματικότητας της μεθόδου, προσδιορίζεται τουλάχιστον δύο φορές την έβδομάδα το χημικό άπαιτούμενο όξυγόνο (DCO) ή ο διαλυμένος όργανικός άνθρακας (COD) του υγρού ποό συσσωρεύεται στο δοχείο F όποτε από διήθηση με δαλοδάμνακα, και το διηθημένο συνθετικό λύματος ποό άποθήκευεται στο δοχείο Α.

Η έλάττωση του DCO ή του COD πρέπει να σταθεροποιείται όταν έπιτυγχάνεται περίπου κανονική ήμερήσια διάσπαση της MBAS, έδηλαδή στο τέλος της άρχικης περιόδου, όπως φαίνεται στο σχήμα 3.

Η περιεκτικότητα σε άνόργανη ξηρά ούσια της ενεργοποιημένης υλός του δοχείου άερισμού πρέπει να προσδιορίζεται δύο φορές την έβδομάδα (σε g/l). Εάν είναι μεγαλύτερη από 2,5 g/l, πρέπει να άπομακρύνεται η περιεία της ενεργοποιημένης υλός.

Η δοκιμή της βιοδιασπαισιμότητας πραγματοποιείται σε θερμοκρασία δωματίου, ή όποια πρέπει να είναι σταθερή και να διατηρείται άνάμεσα σε 292 και 297 K (19-24 °C).

1.7. Υπολογισμός της βιοδιασπαισιμότητας

Τό ποσοστό διάσπαισεως της MBAS πρέπει να υπολογίζεται καθέμερα βάσει της περιεκτικότητας σε MBAS, σε mg/l, του συνθετικού λύματος και του αντίστοιχου υπερχυλίζοντος υγρού, το όποιο συλλέγεται στο δοχείο F. Οι λαμβανόμενες έτσι τιμές διάσπαισεως πρέπει να παρίστανται γραφικά, όπως στο σχήμα 3.

Η βιοδιασπαισιμότητα της MBAS υπολογίζεται ως ο άριθμητικός μέσος όρος των λαμβανόμενων τιμών κατά τις 21 ήμέρες ποό άκολουθούν την άρχική περίοδο λειτουργίας και κατά τη διάρκεια των όποιων η διάσπαση πρέπει να είναι κανονική και η λειτουργία της εγκαταστάσεως όμαλή. Σε καμία περίπτωση, η διάρκεια της άρχικης περιόδου προσαρμογής δεν πρέπει να υπερβαίνει τις έξι έβδομάδες.

Οι καθημερινοί έαθμοι βιοδιασπαισιμότητας πρέπει να υπολογίζονται με άκρίβεια 0,1 %, αλλά τό τελικό άποτέλεσμα υπολογίζεται με άκρίβεια μονάδος.

Σε μερικές περιπτώσεις, έπιτρέπεται η έλάττωση της συχνότητας της δειγματοληψίας, αλλά για τόν υπολογισμό τό μέσου όρου πρέπει να χρησιμοποιούνται τουλάχιστον 14 ήμερήσια άποτέλεσματα μετρημένα κατά τη διάρκεια των 21 ήμερών ποό άκολουθούν την άρχική περίοδο.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2

ΠΡΟΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΤΩΝ ΠΡΟΣ ΕΛΕΓΧΟ ΠΡΟΪΟΝΤΩΝ

2.1. Προκαταρκτικές σημειώσεις

2.1.1. Κατεργασία των δειγμάτων

Η κατεργασία των άνιονικών τασιενεργών ουσιών και των άπορρυπαντικών, ή όποια προηγείται του καθορισμού της βιοδιασπαισιμότητας με την έπιβεβαιωτική δοκιμή, είναι ή άκόλουθη:

Προϊόντα	Κατεργασία
Άνιονικές τασιενεργές ουσίες	Καμία
Άπορρυπαντικά	Άλκοολική εκχύλιση και, στη συνέχεια, διαχωρισμός με άνταλλαγή ιόντων και με κλασματική έκλυση με άνταλλακτή άνιόντων

Έκτος της άλκοολικής εκχύλισης είναι ή άπομάκρυνση των αδιάλυτων και άνόργανων συστατικών των προϊόντων ποό έμποριο, τα όποια σε μερικές περιπτώσεις μπορούν να διαταράξουν τη δοκιμή της βιοδιασπαισιμότητας.

2.1.2. Διαδικασία άνταλλαγής ιόντων

Για να είναι άκριβεις οι δοκιμές της βιοδιασπαισιμότητας, πρέπει να άπομονώνονται και να χωρίζονται τα άνιονικά τασιενεργά συστατικά από τό σαπούνι και από τις μη ιονικές και κατιονικές τασιενεργές ουσίες.

Τό άποτέλεσμα αυτό έπιτυγχάνεται χάρη στην έφαρμογή μιας τεχνικής άνταλλαγής ιόντων ποό χρησιμοποιεί μακροπορόδη ρητίνη άνταλλάκτη άνιόντων και κατάλληλο έκλουστικό μέσο, ποό έπιτρέπει την κλασματική έκλυση. Τό σαπούνι και οι άνιονικές και μη ιονικές τασιενεργές ουσίες άπομονώνονται έτσι με μία μόνο ένέργεια.

2.1.3. Άνελκτικές έλεγχοι

Άποφ όμογενοποιείται τό δείγμα, ή περιεκτικότητα άπορρυπαντικού σε άνιονικές τασιενεργές ουσίες προσδιορίζεται σύμφωνα με την άναλυτική μέθοδο ποό άφορά την MBAS. Η περιεκτικότητα σε σαπούνι καθορίζεται με κατάλληλη μέθοδο. Η άνάλυση αυτή του προϊόντος είναι άπαραίτητη για τόν υπολογισμό των ποσοτήτων ποό άπαιτούνται για την παρασκευή των κλασμάτων ποό προσδιορίζονται για τις δοκιμές της βιοδιασπαισιμότητας.

Η ποσοτική εκχύλιση δεν είναι άναγκαία· όστόσο, εκχύλίζονται τουλάχιστον 80 % των άνιονικών τασιενεργών ουσιών. Συνήθως έπιτυγχάνεται ποσοστό 90 % και περισσότερο.

2.2. Άρχη

Από ομογενές δείγμα (σκόνης, πολτούς ή κατάλοιπα εξατμισμένων υγρών) λαμβάνεται σιθανολικό εκχύλισμα, το οποίο περιέχει τις τασιενεργούς ουσίες, το σαπούνι και άλλα αλκοολοδιαλυτά συστατικά του δείγματος του απορρυπαντικού.

Το αθανολικό εκχύλισμα εξατμίζεται μέχρι ξηρό και διαλύεται σε μίγμα ισοπροπανάλης/νερού. Το διάλυμα που προκύπτει περνά από μικτή διάταξη ισχυρούς δξινού ανταλλάκτη κατιόντων και μακροπορώδους ανταλλάκτη ανιόντων, σε θερμοκρασία 323 K (50 °C). Η ύλη αυτή θερμοκρασία έμποδίζει την καθίζηση των λιπαρών όξενων σε δξινό περιβάλλον.

Οι μη ιονικές τασιενεργές ουσίες παραμένουν στο απόρρυμα.

Τά λιπαρά όξενά του σαπουνιού διαχωρίζονται με έκλυση, με αιθανόλη, που περιέχει διοξείδιο του άνθρακα. Με τον τρόπο αυτόν, οι άνιονικές τασιενεργές ουσίες λογμάνονται ως άλατα άμμωνίου με έκλυση, με διάλυμα δξινού άνθρακικού άμμωνίου, σε μίγμα ισοπροπανάλης/νερού. Τά άλατα αυτά του άμμωνίου χρησιμοποιούνται για τη δοκιμή της διασπασιμότητας.

Οι κατιονικές τασιενεργές ουσίες, που μπορεί να διαταράζουν τη δοκιμή της διασπασιμότητας και την αναλυτική διαδικασία, απομακρύνονται από τον ανταλλάκτη κατιόντων που βρίσκεται πάνω από τον ανταλλάκτη των ανιόντων.

2.3. Χημικές ουσίες και συσκευές

2.3.1. Άπιονισμένο νερό.

2.3.2. Αιθανόλη 95 % κατ' όγκον (C₂H₅OH) (επιτρέπεται να περιέχει μεθυλαιθυλοκατόνη ή μεθανόλη ως μετουσιωτικό).

2.3.3. Μίγμα ισοπροπανάλης/νερού (50/50 κατ' όγκον):

— 50 μέρη όγκου ισοπροπανάλης (CH₃CHOH.CH₃), και
— 50 μέρη όγκου νερού (2.3.1).

2.3.4. Αιθανολικό διάλυμα διοξειδίου του άνθρακα (περιεκτικότητα σε CO₂ περίπου 0,1 %): διασπαστείται επί 10 λεπτά διοξείδιο του άνθρακα (CO₂) μέσα από αιθανόλη (2.3.2), μέσω σωλήνου που έχει στην άκρη του δίσκο από έσφυρμένο γυαλί. Το διάλυμα πρέπει να παρασκευάζεται άμεσα πριν χρησιμοποιηθεί.2.3.5. Διάλυμα δξινού άνθρακικού άμμωνίου (60/40 κατ' όγκον): 0,3 ml NH₄HCO₃ σε 1 000 ml μίγματος ισοπροπανάλης/νερού, αποτελούμενου από 60 μέρη όγκου ισοπροπανάλης και 40 μέρη όγκου νερού (2.3.1).

2.3.6. Άνταλλάκτης κατιόντων (KAT), ισχυρά δξινός άνθρακικός στην άλκοόλη (50-100 mesh).

2.3.7. Άνταλλάκτης ανιόντων (AAT), μακροπορώδης, Merck Lewatit, MP 7080 (70-150 mesh), ή ισοδύναμος.

2.3.8. Υδροχλωρικό όξυ (10 % HCl κατά όγκο).

2.3.9. Σφαμική φιάλη 2 000 ml με κωνικό στόμιο από έσφυρμένο γυαλί και ψυκτήρα έπαναφοράς.

2.3.10. Χωνί διηθήσεως διαμέτρου 90 mm, που να μπορεί να θερμαίνεται, για χάρτινους ή φίλμους.

2.3.11. Φιάλη κενού 2 000 ml.

2.3.12. Στήλης ανταλλακτών με θερμοαντικό χιτώνιο και στρόφιγγα: έσωτερικός σωλήνας διαμέτρου 60 mm και όγκου 450 ml (σχήμα 4).

2.3.13. Υδρόλoutρο.

2.3.14. Πυραντήριο κενού.

2.3.15. Θερμοστάτης.

2.3.16. Περιστροφικός έξερωτήρας.

2.4. Παρασκευή του εκχυλίσματος και χωρισμός των μη ιονικών θραστικών ουσιών

2.4.1. Παρασκευή του εκχυλίσματος

Η ποσότητα τασιενεργών ουσιών που άποιείται για τη δοκιμή της βιοδιασπασιμότητας είναι περίπου 50 g MBAS.

Κανονικά ή προς έκχυλιση ποσότητα του προϊόντος δεν έπερβαίνει τά 1 000 g, άλλα είναι δυνατό να χρειαστεί να εκχυλίστον συμπληρωματικές ποσότητες δείγματος.

Γιά πρακτικούς λόγους, 5 000 g είναι στίς περισσότερες περιπτώσεις το άνάτοιο όριο κατά την παρασκευή εκχυλίσματος για τη δοκιμή της βιοδιασπασιμότητας. Η πείρα έχει δείξει ότι είναι προτιμότερη ή χρησιμοποίηση ενός άριθμού μικρών εκχυλίσων από μία μεγάλη έκχυλιση. Οι καθοριζόμενες ποσότητες ανταλλακτών ίόντων έμποδίζουν για ίκανότητα ανταλλαγής 600 έως 700 mmol, τασιενεργών ουσιών και σαπουνιού.

2.4.2. Άπομόνωση των αλκοολοδιαλυτών συστατικών

Προσθέτουμε 250 g του προς άνάλυση απορρυπαντικού σε 1 250 ml αιθανόλης και φέρουμε τό μίγμα στο σημείο θρασμού. Έπειτα τό άποστέζουμε σε ψυκτήρα, έπαναφοράς επί μία ώρα, άναδεύοντάς το. Διηθόμε τό θερμό αλκοολικό διάλυμα από διηθητικό χωνί με μεγάλους πόρους, προθερμασμένο σε θερμοκρασία 323 K (50 °C), με ισχυρή άναρρόφηση. Πλένουμε τη φιάλη και τό διηθητικό χωνί με περίπου 200 ml θερμή αιθανόλη. Περισυλλέγουμε τό διήθημα και τό άπόπλυμα του ήθμιο σε φιάλη κενού.

Όταν τά προς άνάλυση προϊόντα είναι πολλοί ή ύγρά, θεσωνόμαστε ότι τό δείγμα δεν περιέχει περισσότερα από 35 g άνιονικές τασιενεργές ουσίες και από 35 g σαπουνί. Έξοτμίζουμε άπό τό ζυγισμένο δείγμα όσόντου να άποξηρανθεί τελείως. Διαλύουμε τό ύπόλειμμα σε 2 000 ml σιθανόλης και προχωράμε όπως παραπάνω.

Στήν περίπτωση σκόνης με χομηλή φαινομένη πυκνότητα (< 300 g/l), συνιστάται ή αύξηση της άναλογίας της σιθανόλης κατά λόγο 20 : 1.

Έξοτμίζουμε τό διήθημα της αιθανόλης όσόντου να άποξηρανθεί τελείως, κατά προτίμηση με τη βοήθεια περιστροφικού έξερωτήρα. Άν χρειάζεται μεγαλύτερη ποσότητα εκχυλίσματος, έπανο- λογμάνουμε τη διαδικασία. Διαλύουμε τό σύνολο των ύπολειμμάτων σε 5 000 ml μίγματος ισοπρο- πανάλης/νερού.

2.4.3. Έτοιμασία των στήλων ανταλλαγής ίόντων

Στήλη ανταλλαγής κατιόντων

Έτοιμμε 600 ml ρητίνη ανταλλαγής κατιόντων (2.3.6) σε ποτήρι θρασμού των 3 000 ml και τη σκεπά- ζουμε τελείως προσθέτοντας 2 000 ml ύδροχλωρικό όξυ (2.3.8). Τό άφήνουμε να ήρμήςσει τουλάχιστον δύο ώρες, άναδεύοντάς το περιοδικά. Άποχύνουμε τό όξυ και μεταφέρουμε τη ρητίνη στη στήλη (2.3.12) με άπιονισμένο νερό. Η στήλη πρέπει να έχει πάνω από ύλοδόμια. Πλένουμε τη στήλη με άπιονισμένο νερό, με παροχή 10-30 ml/min, όσόντου τό άπόπλυμα να μην περιέχει πιά χλώριο.

Έκτοπίζουμε τό νερό με μίγμα 2 000 ml ισοπροπανάλης/νερού (2.3.3), με παροχή 10-30 ml/min. Η στήλη ανταλλαγής είναι έτοιμη για χρήση.

Στήλη ανταλλαγής ανιόντων

Έτοιμμε 600 ml ρητίνη ανταλλαγής ανιόντων (2.3.7) σε ποτήρι θρασμού των 3 000 ml και τη σκεπά- ζουμε τελείως προσθέτοντας 2 000 ml άπιονισμένο νερό. Άφήνουμε τον ανταλλάκτη να φουσκώσει τουλάχιστον δύο ώρες. Μεταφέρουμε τη ρητίνη στη στήλη με άπιονισμένο νερό. Η στήλη πρέπει να έχει πάνω από ύλοδόμια.

Πλένουμε τη στήλη με διάλυμα 0,3 M μονόξινου άνθρακικού άμμωνίου (2.3.5) όσπου να φύγει τελείως τό χλώριο, πράγμα που άπαιτεί περίπου 5 000 ml διάλυμα. Πλένουμε κατόπιν με 2 000 ml άπιονισμένο νερό. Έκτοπίζουμε τό νερό με μίγμα 2 000 ml ισοπροπανάλης/νερού (2.3.3) με παροχή 10-30 ml/min. Η στήλη ανταλλαγής έχει τώρα μορφή OH και είναι έτοιμη για χρήση.

2.4.4. Διαδικασία ανταλλαγής ίόντων

Συνδέουμε τις στήλες ανταλλαγής έτσι ώστε ή στήλη ανταλλαγής των κατιόντων να βρίσκεται πάνω από τη στήλη ανταλλαγής των ανιόντων. Φέρουμε τις στήλες σε θερμοκρασία 323 K (50 °C) με τη βοήθεια θερμοστάτη. Θερμαίνουμε 5 000 ml του διαλύματος που προέκυψε στο σημείο 2.4.2 στους 33 K (60 °C) και περνάμε τό διάλυμα μέσα από την ομάδα των ανταλλακτών με ρυθμό ροής 20 ml/min. Πλένουμε τις στήλες με θερμό μίγμα 1 000 ml ισοπροπανάλης/νερού (2.3.3).

Γιά να παραλάβουμε τις συνθετικές άνιονικές τασιενεργές ουσίες (MBAS), άποσυνδέουμε τη στήλη KAT. Έκλούουμε τά λιπαρά όξενά του σαπουνιού της στήλης KAT με 5 000 ml διαλύματος αιθανόλης/CO₂ (στοιός 323 K, 50 °C) (2.3.4). Τό έκλούμα άπορρίπτεται.

Στη συνέχεια, εκλούουμε τις MBAS από τη στήλη AAT με 5 000 ml διαλύματος δξινού άνθρακικού άμμωνίου (2.3.5). Έξοτμίζουμε τό έκλούμα μέχρι ξηρό αέ άτμόλουτρο ή σε περιστροφικό έξερωτήρα. Τό ύπόλειμμα περιέχει τις MBAS (ύπό μορφή άμμωνιακού άλατος) και, έδεχομένου, μη τασιενεργά άνιονικά προϊόντα που δεν επηρεάζουν τη δοκιμή της βιοδιασπασιμότητας. Προ- σθέτουμε άπιονισμένο νερό όσπου να έπιτευχθεί καθορισμένος όγκος και μετρούμε την περιεκτι- κότητα του συνόλου σε MBAS, σύμφωνο με τό κεφάλαιο 3, σε ένα δείγμα. Τό διάλυμα χρησιμο- ποιείται ως μητρικό διάλυμα των άνιονικών τασιενεργών ουσιών για τη δοκιμή της βιοδιασπασι- μότητας. Τό διάλυμα πρέπει να διατηρείται σε θερμοκρασία κατώτερη από 278 K (5 °C).

2.4.5. Άναγέννηση των ανταλλακτών ρητίνων

Ό ανταλλάκτης των κατιόντων κειείται έπειτα από κάθε χρήση.

Άναγεννούμε τον ανταλλάκτη των ανιόντων περνώντας από τη στήλη μία συμπληρωματική ποσότητα διαλύματος δξινού άνθρακικού άμμωνίου (2.3.5) με ρυθμό ροής περίπου 10 ml/min, όσόντου τό απόρρυμα να όθινει άπαλλαγμένο από άνιονικές τασιενεργές ουσίες (δοκιμή κυανού του μεθυλενίου). Πλένουμε κατόπιν τον ανταλλάκτη ανιόντων με μίγμα 2 000 ml ισοπροπανάλης/ νερού (2.3.5). Ό ανταλλάκτης ανιόντων μπορεί άπύ να χρησιμοποιηθεί.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΑΝΙΟΝΙΚΩΝ ΤΑΣΙΕΝΕΡΓΩΝ ΠΑΡΑΓΟΝΤΩΝ ΚΑΤΑ ΤΗ ΔΟΚΙΜΗ ΤΗΣ ΒΙΟ- ΔΙΑΣΠΑΣΙΜΟΤΗΤΑΣ

3.1. Άρχη

Η μέθοδος στηρίζεται στο γεγονός ότι ή κατιονική χρωστική του κυανού του μεθυλενίου σχημα- τίζει κυανό άλατα με τις άνιονικές τασιενεργές ουσίες, που μπορούν να εκχυλίστον με χλωρο- φόρμιο. Γιά να άποφευχθούν παρεμβολές ή έκχυλιση πραγματοποιείται πρώτα από άλκαλικό διά- λυμα και κατόπιν τό εκχύλισμα άνομαγνύεται με δξινό κυανού του μεθυλενίου. Η άπορρόφηση της διαχωριζόμενης όργανικής φάσεως προσδιορίζεται φωτομετρικά στο μήκος κύματος μεγίστης άπορροφώσεως 650 nm.

3.2. Άντιδραστήρια και συσκευές

3.2.1. Ρυθμιστικό διάλυμα με pH 10:

Διαλύονται 24 g μονόξινου άνθρακικού νάτριο (NaHCO₃) (άναλυτικό άντιδραστήριο) και 27 g ύνδρο άνθρακικό νάτριο (Na₂CO₃) (άναλυτικό άντιδραστήριο) σε άπιονισμένο νερό και άραιώ- νονται στά 1 000 ml.

3.2.2. Ουδέτερο διάλυμα κυανού του μεθυλενίου:

Διαλύονται 0,35 g κυανού του μεθυλενίου (άναλυτικό άντιδραστήριο) σε άπιονισμένο νερό και άραιώνονται στά 1 000 ml. Τό διάλυμα παρασκευάζεται τουλάχιστον 24 ώρες πριν χρησιμοποιηθεί. Η άπορρόφηση στά 650 nm της χλωροφορμικής φάσεως της λευκής δοκιμής μετρούμενη ως προς καθαρό χλωροφόρμιο, δεν πρέπει να ύπερβαίνει 0,015 άνά 1 cm πάχους στιβάδας.

3.2.3. Όξινό διάλυμα κυανού του μεθυλενίου:

Διαλύονται 0,35 g κυανού του μεθυλενίου (άναλυτικό άντιδραστήριο) σε 500 ml άπιονισμένο νερό και άνομαγνύονται με 6,5 ml H₂SO₄ (d = 1,84 g/ml). Άραιώνονται με άπιονισμένο νερό στά 1 000 ml. Τό διάλυμα παρασκευάζεται τουλάχιστον 24 ώρες πριν χρησιμοποιηθεί. Η άπορρόφηση στά 650 nm της χλωροφορμικής φάσεως της λευκής δοκιμής μετρούμενη ως προς καθαρό χλωρο- φόρμιο, δεν πρέπει να ύπερβαίνει τά 0,015 άνά 1 cm πάχους στιβάδας.

3.2.4. Χλωροφόρμιο (τριχλωρομεθάνιο) CHCl₃ (άναλυτικό άντιδραστήριο), πρόσφατης άποστέξεως.

3.2.5. Μεθυλικές έσπερας του σούλφονικού όξενος του δωδεκυλοδενόλλιο.

3.2.6. Αιθανολικό διάλυμα ύδροξειδίου του καλίου (KOH) 0,1 M.

3.2.7. Καθαρή αιθανόλη (C₂H₅OH).3.2.8. Θετικό όξυ (H₂SO₄) 0,5 M.

3.2.9. Διάλυμα φαινόλφθαλεΐνης:

Διαλείται 1 g φαινόλφθαλεΐνη σε 50 ml αιθανόλης και προστίθενται 50 ml άπιονισμένο νερό με συνεχή άνάδευση. Τυχόν ίζημα άπομακρύνεται με διήθηση.

3.2.10. Μεθανολικό ύδροχλωρικό όξυ: 250 ml πυκνό ύδροχλωρικό όξυ (άναλυτικό άντιδραστήριο) και 750 ml μεθανόλη (άναλυτικό άντιδραστήριο).

3.2.11. Διαχωριστική χοδήν των 250 ml.

3.2.12. Όγκομετρική φιάλη των 50 ml.

3.2.13. Όγκομετρική φιάλη των 500 ml.

3.2.14. Όγκομετρική φιάλη των 1 000 ml.

- 3.2.15. Σφαιρική φιάλη με έμφυσιμένο πάμα και ψυκτήρα επαναφορές των 250 ml. Ψήγματα βρασαίου.
- 3.2.16. Πεχάμετρο.
- 3.2.17. Φωτόμετρο για μετρήσεις στα 650 nm, με κυψελίδες πάχους 1 έως 5 cm.
- 3.2.18. Ποιτικός χάρτινος ήθμος.
- 3.3. Διαδικασία

Τά προς ανάλυση δείγματα δεν πρέπει να λαμβάνονται διά μέσου ατιθάδος αέρος.

Έπειτα από προσεκτικό καθαρισμό με νερό, οι συσκευές που θα χρησιμοποιηθούν για την ανάλυση πρέπει να ξεπλυθούν τελείως με μεθανολικό υδροχλωρικό οξύ (3.2.10), και κατόπιν με άπυκνωμένο νερό πριν από τη χρήση.

Διηθούν τα λήματα εισόδου και εξόδου της εγκαταστάσεως ενεργοποιημένης υλώς άμεσως μετά τη δειγματοληψία. Απορρίπτουμε τα πρώτα 100 ml των διηθημάτων.

Θέτουμε έναν γνωστό όγκο από τα δείγματα, εξουδετερωμένον αν χρειάζεται, σε διαχωριστική χοάνη (3.2.11). Ο όγκος του δείγματος πρέπει να περιέχει μεταξύ 20 και 150 mg MBAS. Για χαμηλότερη περιεκτικότητα σε MBAS, μπορούμε να χρησιμοποιούμε περισσότερα από 100 ml δείγματος. Όταν χρησιμοποιούμε λιγότερα από 100 ml, τα αραιώνουμε στα 100 ml με άπυκνωμένο νερό. Προσθέτουμε στο δείγμα 10 ml ρυθμιστικό διάλυμα (3.2.1), 5 ml οξέτερο διάλυμα κυανού του μεθυλενίου (3.2.2) και 15 ml χλωροφόρμιο (3.2.4). Ανακινούμε τα μίγμα ομοιόμορφα και όχι πολύ δυνατά, επί ένα λεπτό. Όταν διαχωριστούν οι φάσεις, μεταφέρουμε τη χλωροφορμική στιβάδα σε δεύτερη διαχωριστική χοάνη που περιέχει 110 ml άπυκνωμένο νερό και 5 ml δξινό διάλυμα κυανού του μεθυλενίου (3.2.3). Ανακινούμε τα μίγμα επί ένα λεπτό. Μεταφέρουμε τη χλωροφορμική ατιβάδα σε όγκομετρική φιάλη (3.2.12) μέσω ήθμου από υδροφίλο δάμπακα πλυμένο με αιθανόλη και έμποτισμένο με χλωροφόρμιο.

Εκχύλουμε τα άλκαλικά και το δξινό διάλυμα τρεις φορές, χρησιμοποιώντας 10 ml χλωροφόρμιο για τη δεύτερη και την τρίτη εκχύλιση. Διηθούμε τα συνενωμένα χλωροφορμικά εκχυλλήματα μέσω του ίδιου ήθμου από υδροφίλο δάμπακα και αραιώνουμε, μέχρι τη χαραγή στην όγκομετρική φιάλη των 50 ml (3.2.12), με τα χλωροφόρμιο που χρησιμοποιήθηκε για επανέκπλυση του υδροφίλου δάμπακα. Προσδιορίζουμε με φωτόμετρο την απορρόφηση στα 650 nm του χλωροφορμικού διαλύματος σε κυψελίδες πάχους 1 έως 5 cm έναντι καθαρού χλωροφορμίου. Πραγματοποιούμε λευκό προσδιορισμό για αλόκληρη τη διαδικασία.

3.4. Καμπύλη ύπολογισμο

Ετοιμάζουμε καμπύλη ύπολογισμο από την πρότυπη ουσία χρησιμοποιώντας μεθυλικό έστερα του σουλφονικού οξέος του δωδεκυλοδεξόλου (τύπος τετραπροπυλενίου, MB 340), έπειτα από απανοποίηση προς άλας νατρίου. Η MBAS ύπολογίζεται ως άλας νατρίου του σουλφονικού οξέος του δωδεκυλοδεξόλου (MB 348).

Μεταφέρουμε 400 έως 450 mg μεθυλικό έστερα του σουλφονικού οξέος του δωδεκυλοδεξόλου (3.2.5) με άκρίβεια 0,1 mg σε σφαιρική φιάλη και προσθέτουμε 50 ml αιθανολικού διαλύματος υδροξειδίου του καλίου (3.2.6) και μερικά ψήγματα βρασαίου. Αφού προσαρμοστεί ο ψυκτήρας επαναφοράς, δρόζουμε επί μία ώρα. Μετά την ψύξη, πλένεται ο ψυκτήρας και ο έμφυσιμένος συνδετικός δοκτύλιος με περίπου 30 ml αιθανόλης, και τα εκχυλλήματα αυτά προστίθενται στο περιεχόμενο της φιάλης. Τίτλοδοτείται το διάλυμα με δεικό οξύ μέχρι να εξαφανιστεί το χρώμα της φαινολοφθαλείνης. Μεταφέρουμε τα διάλυμα σε όγκομετρική φιάλη των 1000 ml (3.2.14), αραιώνουμε μέχρι τη χαραγή με άπυκνωμένο νερό και άναμειγνύουμε.

Στη συνέχεια, αραιώνουμε ένα μέρος του μητρικού αυτού διαλύματος τασενεργό ουσίας. Παραλαμβάνουμε 25 ml, τα μεταφέρουμε σε όγκομετρική φιάλη των 500 ml (3.2.13), αραιώνουμε μέχρι τη χαραγή με άπυκνωμένο νερό και άναμειγνύουμε.

Τό πρότυπο αυτό διάλυμα περιέχει $\frac{E \times 1,023}{20\,000}$ mg MBAS ανά ml, όπου E είναι τό δόρος τό δείγματος σε mg.

Γιά να καταπορώσουμε την καμπύλη ύπολογισμο, παραλαμβάνουμε 1, 2, 4, 6 και 8 ml από τό πρότυπο διάλυμα και τα αραιώνουμε στα 100 ml με άπυκνωμένο νερό. Κατόπιν επαναλαμβάνουμε τη μέθοδο όπως όρίζεται από σημείο 3.3 (συμπεριλαμβανομένου του λευκού προσδιορισμού).

3.5. Ύπολογισμός των άποτελεσμάτων

Η καμπύλη ύπολογισμο (3.4) δίδει τό ποσό της άνιονικής τασενεργό ουσίας στο δείγμα σε MBAS. Η περιεκτικότητα τό δείγματος σε MBAS δίνεται από τόν τύπο:

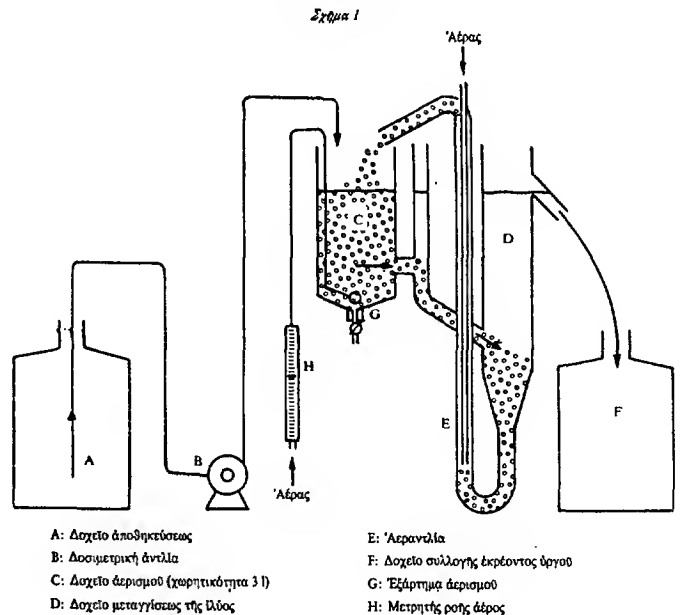
$$\frac{\text{mg MBAS} \times 1000}{V} = \text{MBAS mg/l}$$

όπου V = όγκος τό δείγματος που χρησιμοποιήθηκε σε ml.

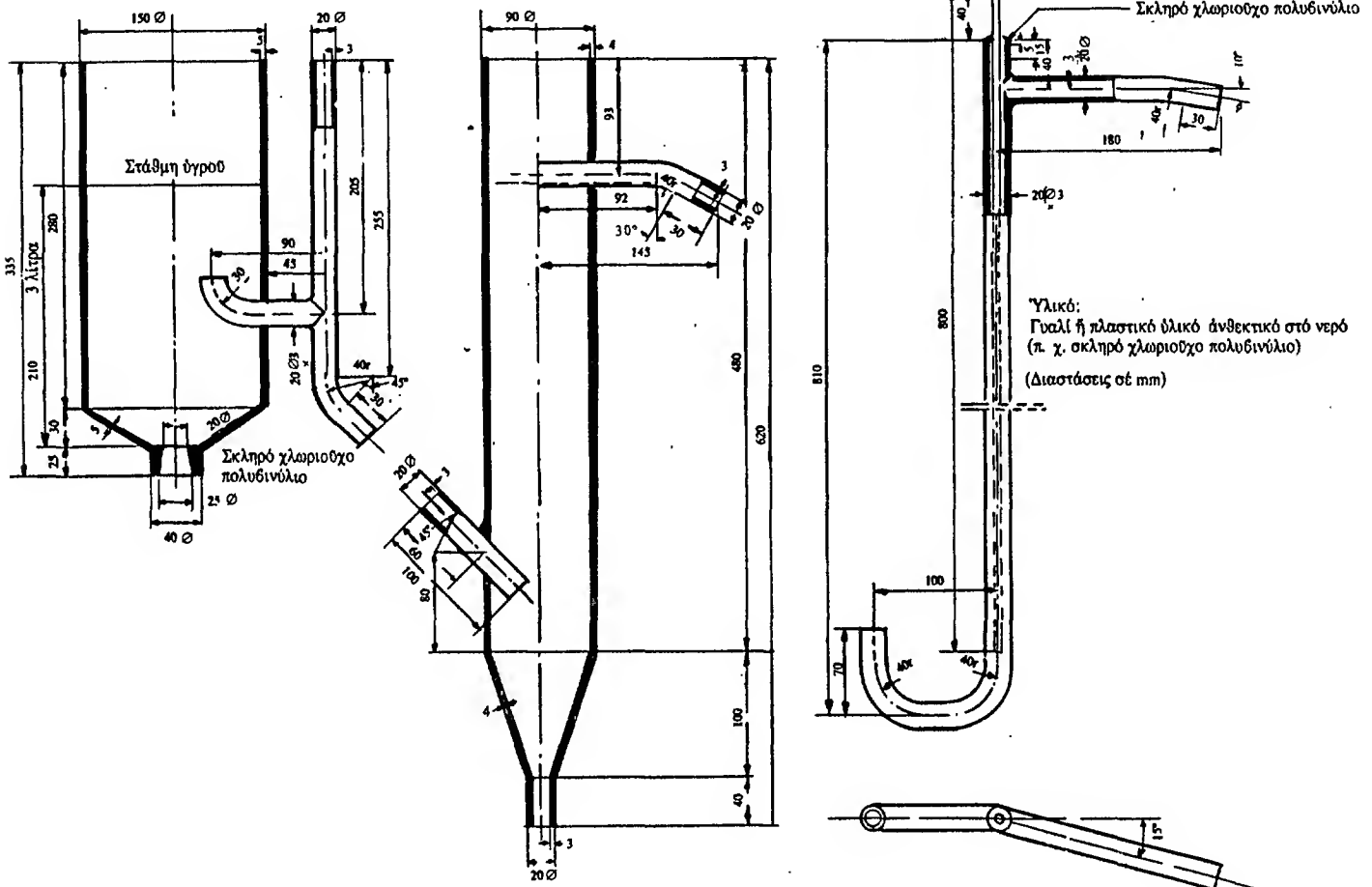
Τά άποτελέσματα εκφράζονται σε άλας νατρίου τό σουλφονικό οξύ τό δωδεκυλοδεξόλου (MB 348).

3.6. Έκφραση των άποτελεσμάτων

Τά άποτελέσματα εκφράζονται σε MBAS mg/l με άκρίβεια 0,1 mg.

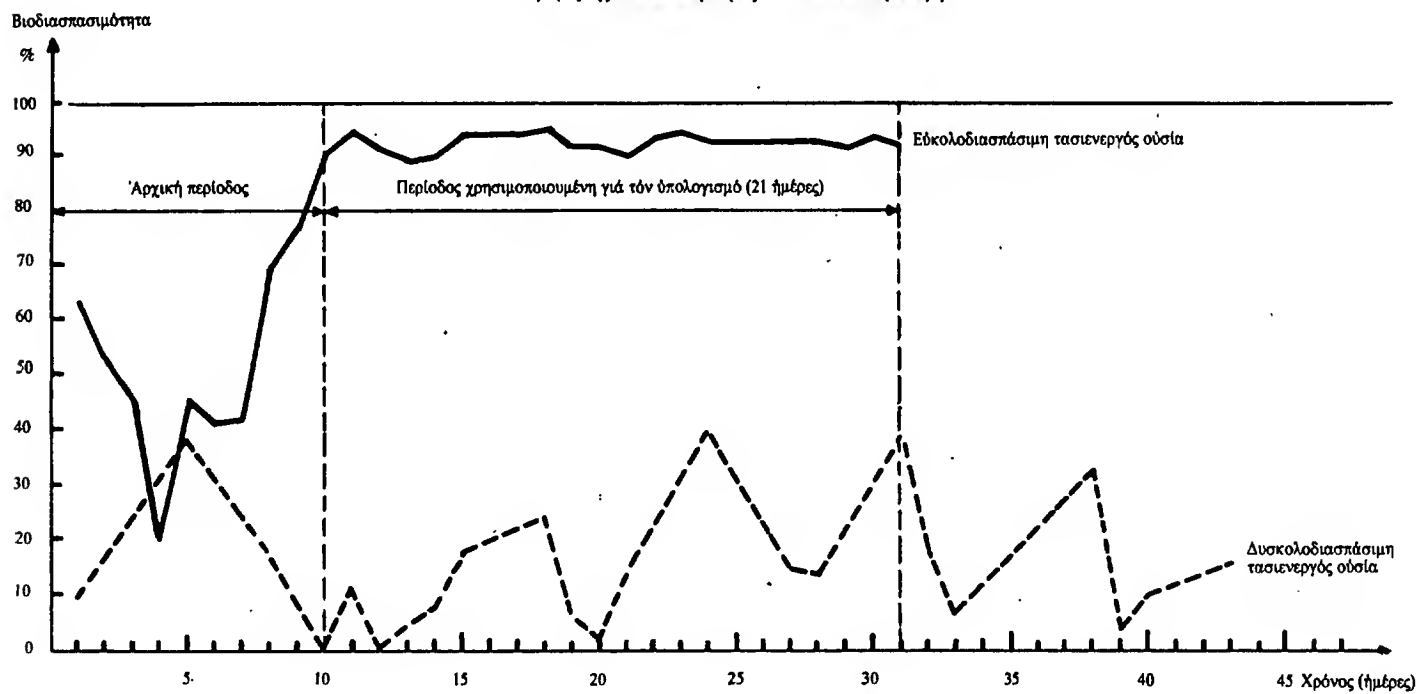


Σχήμα 2

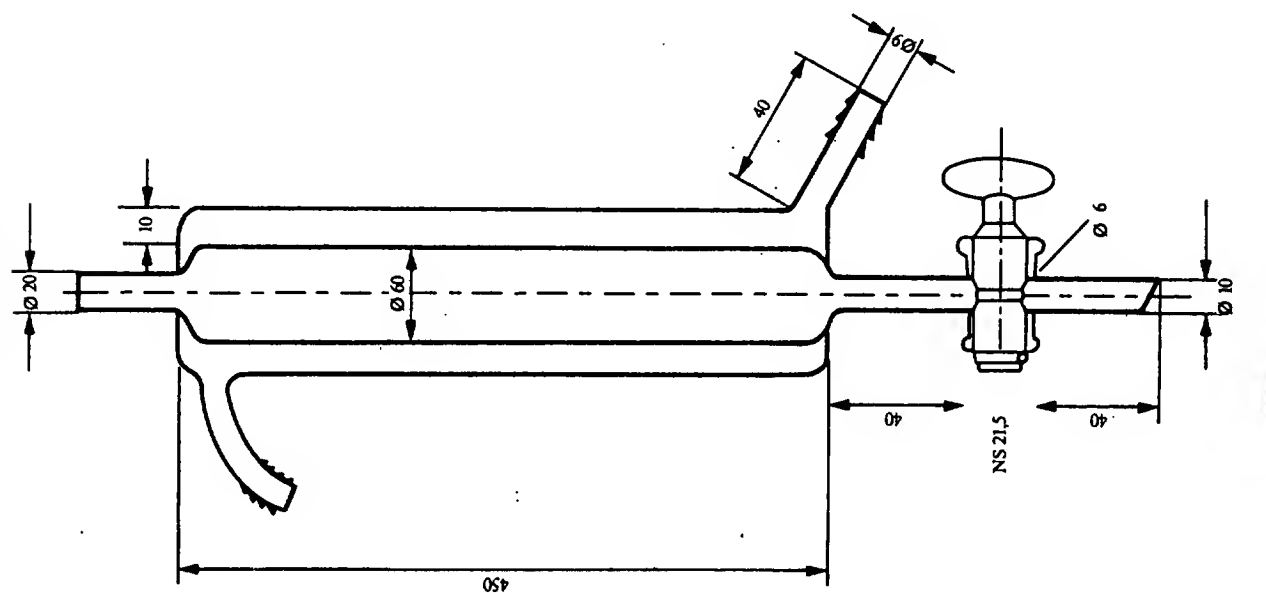


Σχήμα 3

Υπολογισμός της διεισδυτικότητας — Έπιβεβαιωτική δοκιμή



Σχήμα 4

Θερμαινόμενη στήλη ανταλλαγής
(Διαστάσεις σε mm)

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΒΙΟΔΙΑΣΠΑΣΙΜΟΤΗΤΑΣ ΤΩΝ ΜΗ ΙΟΝΙΚΩΝ ΤΑΣΙΕΝΕΡΓΩΝ ΟΥΣΙΩΝ

Μέθοδος αναφοράς (επιβεβαιωτική δοκιμή)

ΚΕΦΑΛΑΙΟ I

1.1. Όρισμός

Μη ιονικές τασιενεργές ουσίες, κατά την έννοια της παρούσας μεθόδου, είναι οι ουσίες οι οποίες, όποιο περάσουν από ανταλλάκτες κατιόντων και ανιόντων, προσδιορίζονται ως ουσίες που αντιδρούν με το βιομυδίο (BiAs), σύμφωνα με τη μέθοδο ανάλυσης που περιγράφεται στο κεφάλαιο 3.

1.2. Άναγκας εξοκλισμός

Η μέθοδος μετρήσεως βασίζεται στη χρησιμοποίηση της εγκαταστάσεως ενεργοποιημένης υλός, η οποία παρίσταται στο σχήμα 1 και λεπτομερέστερα στο σχήμα 2.

Ο εξοκλισμός αποτελείται από δοχείο αποθηκεύσεως Α για συνθετικό λύμα, δοσιμετρική αντλία Β, δοχείο αέριου C, δοχείο μεταγίσεως της υλός D, αεραντλία Ε για ανακύκλωση της ενεργοποιημένης υλός και δοχείο F για συλλογή του μετά την κατεργασία εκρέοντος υγρού.

Τα δοχεία Α και F πρέπει να είναι κατασκευασμένα από γυαλί ή κατάλληλο πλαστικό και να έχουν χωρητικότητα τουλάχιστον 24 λίτρων. Η αντλία Β πρέπει να εξασφαλίζει την κανονική προφοδοσία του δοχείου αερίου σε συνθετικό λύμα. Το δοχείο D, κατά τη διάρκεια κανονικής λειτουργίας, πρέπει να περιέχει 3 λίτρα μίγματος. Πορώδες γυάλινο εξάρτημα αερίου G πρέπει να είναι αναρτημένο στο εσωτερικό του δοχείου C στην κορυφή του κώνου. Η ποσότητα του αέρα ή οπία διαχετεύεται από το εξάρτημα αερίου G πρέπει να μετρείται με τη βοήθεια μετρητή ροής Η.

1.3. Συνθετικό λύμα

Για τη δοκιμή αυτή χρησιμοποιείται συνθετικό λύμα. Διαλύονται τα εξής, κατά λίτρο νερό της δρύσης:

- 160 mg πεπτόνη,
- 110 mg εκχύλισμα κρέατος,
- 30 mg ούρια ($\text{CO}(\text{NH})_2$),
- 7 mg χλωριούχο νάτριο (NaCl),
- 4 mg χλωριούχο ασβέστιο ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),
- 2 mg θειικό μαγνήσιο ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),
- 28 mg μονόξυνο φωσφορικό κάλιο (K_2HPO_4),
- 10 ± 1 mg BiAs.

Η BiAs παραλαμβάνεται από το δοκιμαζόμενο προϊόν με τη μέθοδο του κεφαλαίου 2. Το συνθετικό λύμα παρασκευάζεται καθημερινά.

1.4. Παρασκευή των δειγμάτων

1.4.1. Οι άπλες τασιενεργές ουσίες μπορούν να εξετάζονται όπως έχουν. Προκειμένου να παρασκευαστεί το συνθετικό λύμα (1.3), πρέπει να προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε BiAs.

1.4.2. Το σύνθετο προϊόντα ύφιστανται ανάλυση για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητάς τους σε BiAs, MBAS και σαπούνι. Γίνεται εκχύλιση με αλκοόλη και διαχωρισμός της BiAs (βλ. κεφάλαιο 2). Η περιεκτικότητα του εκχυλίσματος σε BiAs πρέπει να είναι γνωστή προκειμένου να παρασκευαστεί το συνθετικό λύμα.

1.5. Λειτουργία της εγκαταστάσεως

Άρχικά γεμίζεται με συνθετικό λύμα το δοχείο αερίου C και το δοχείο μεταγίσεως της υλός D. Το δοχείο D πρέπει να στερεώνεται από κατάλληλο ύψος ώστε ο περιεχόμενος όγκος στο δοχείο αερίου C να είναι 3 λίτρα. Εισάγονται 3 ml δευτερεύοντα λύματα καλής ποιότητας, που παραλήφθηκαν πρόσφατα από εγκατάσταση κατεργασίας υδραυμάτων, κυρίως οικιακών. Τα λύματα πρέπει να διατηρούνται σε αερόστες συνθήκες κατά το διάστημα που μεσολαβεί από τη δειγματοληψία ως τη χρήση. Τίθεται έπειτα σε λειτουργία το σύστημα αερίου G, η αεραντλία Ε και η δοσιμετρική αντλία Β. Το συνθετικό λύμα πρέπει να διέρχεται διά του δοχείου αερίου C με ρυθμό 1 λίτρου ανά ώρα, πράγμα το οποίο συνεπάγεται μέσα χρόνο κατακροτήσεως τρεις ώρες.

Η ταχύτητα αερίσμου πρέπει να ρυθμίζεται κατά τρόπο ώστε το περιεχόμενο του δοχείου C να δριάζεται συνεχώς εν αιώρηση και το διαλυμένο οξυγόνο να ανέρχεται τουλάχιστον σε 2 mg ανά λίτρο. Ο αερισμός πρέπει να εμποδίζεται με κατάλληλη μέσο. Παράγοντες περιεχομένου του αερισμού, οι οποίοι δρουν ανασταλτικά στην ενεργειακή υλός ή περιέχουν BiAs, δεν πρέπει να χρησιμοποιούνται. Η λειτουργία της αεραντλίας Ε πρέπει να ρυθμίζεται ώστε η ενεργοποιημένη υλός να ανακυκλώνεται συνεχώς και κανονικά από το δοχείο μεταγίσεως D στο δοχείο αερίου C. Η υλός που συσσωρεύεται γύρω από την κορυφή του δοχείου αερίου C, στη βάση του δοχείου μεταγίσεως D ή στο κύκλωμα κυκλοφορίας πρέπει να επαναφέρεται στην κυκλοφορία τουλάχιστον μία φορά την ημέρα με τη βοήθεια ψήκτρας ή άλλου κατάλληλου μέσου. Αν η υλός δεν κατακάθεται, μπορεί να αδηθεί η περιεκτικότητά της με διάλυμα τριχλωροϋχού σιδήρου 5 % προστιθέμενο κατά μικρά ποσά (2 ml). Αν είναι απαραίτητο, η προσθήκη επαναλαμβάνεται.

Το υγρό που εκρέει από το δοχείο μεταγίσεως D συλλέγεται στο δοχείο F επί 24 ώρες, και ακολούθως λαμβάνεται δείγμα του μετά από ομογενοποίηση του μίγματος. Κατόπιν το δοχείο F πρέπει να καθαρίζεται επιμελώς.

1.6. Έλεγχος της συσκευής μετρήσεως

Η περιεκτικότητα του συνθετικού λυματος σε BiAs (σε mg/l) προσδιορίζεται άμεσα πριν χρησιμοποιηθεί.

Η περιεκτικότητα σε BiAs (σε mg/l) του υγρού που συλλέγεται ανά 24ωρο στο δοχείο F πρέπει να προσδιορίζεται με την ίδια αναλυτική μέθοδο, άμεσα μετά τη συλλογή. Άλλως τα δείγματα πρέπει να διατηρούνται κατά προτίμηση κατεψυγμένα. Η συγκέντρωση πρέπει να προσδιορίζεται με ακρίβεια 0,1 mg BiAs/l.

Πρός έλεγχο της αποτελεσματικότητας της μεθόδου, προσδιορίζεται τουλάχιστον δύο φορές την εβδομάδα το χημικό απαιτούμενο οξυγόνο (DCO) ή ο διαλυμένος οργάνικός άνθρακας (COD) του υγρού που συσσωρεύεται στο δοχείο F δεύτερο από διήθηση με υαλοδάμνα, και το διηθημένο συνθετικό λύματος που αποθηκεύεται στο δοχείο Α.

Η ελάττωση του DCO ή του COD πρέπει να σταθεροποιείται όταν επιτυγχάνεται περίπου κανονική ημερήσια διάσπαση της BiAs, δηλαδή στο τέλος της αρχικής περιόδου, όπως φαίνεται στο σχήμα 3.

Η περιεκτικότητα σε άοργανη ξηρά ουσία της ενεργοποιημένης υλός του δοχείου αερίου C πρέπει να προσδιορίζεται δύο φορές την εβδομάδα (σε g/l). Εάν είναι μεγαλύτερη από 2,5 g/l, πρέπει να απομακρύνεται η περιεχόμενη της ενεργειακής υλός.

1.7. Υκολογισμός της βιοδιασπασιμότητας

Το ποσοστό διασπάσεως της BiAs πρέπει να υπολογίζεται καθημέρα, βάσει της περιεκτικότητας σε BiAs, σε mg/l, του συνθετικού λυματος και του αντίστοιχου υπερχειλίζοντος υγρού, το οποίο συλλέγεται στο δοχείο F.

Οι λαμβανόμενες έτσι τιμές διασπάσεως, πρέπει να παρίστανται γραφικώς, όπως στο σχήμα 3.

Η βιοδιασπασιμότητα της BiAs υπολογίζεται ως ο αριθμητικός μέσος όρος των λαμβανόμενων τιμών κατά τις 21 ημέρες που ακολουθούν την αρχική περίοδο λειτουργίας και κατά τη διάρκεια των οποίων η διάσπαση πρέπει να είναι κανονική και η λειτουργία της εγκαταστάσεως ομαλή. Σε καμία περίπτωση, η διάρκεια της αρχικής περιόδου προσαρμογής δεν πρέπει να υπερβαίνει τις έξι εβδομάδες.

Οι καθημερινό βαθμοί βιοδιασπασιμότητας πρέπει να υπολογίζονται με ακρίβεια 0,1 %, αλλά το τελικό αποτέλεσμα υπολογίζεται με ακρίβεια μονάδας.

Σε μερικές περιπτώσεις, επιτρέπεται η ελάττωση της συχνότητας της δειγματοληψίας, αλλά για τον υπολογισμό του μέσου όρου πρέπει να χρησιμοποιούνται τουλάχιστον 14 ημερήσια αποτελέσματα μετρημένα κατά τη διάρκεια των 21 ημερών που ακολουθούν την αρχική περίοδο.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2

ΠΡΟΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΤΩΝ ΠΡΟΣ ΕΛΕΓΧΟ ΠΡΟΪΟΝΤΩΝ

2.1. Προκαταρκτικές σημειώσεις

2.1.1. Κατεργασία των δειγμάτων

Η κατεργασία των μη ιονικών τασιενεργών ουσιών και των άοργανων ουσιών, η οποία προηγείται του καθορισμού της βιοδιασπασιμότητας με την επιβεβαιωτική δοκιμή, είναι η ακόλουθη:

Προϊόντα	Κατεργασία
Μη ιονικές τασιενεργές ουσίες	Καμία
Άοργανα	Άλκοολική εκχύλιση και, στη συνέχεια, διαχωρισμός των μη ιονικών τασιενεργών ουσιών με ανταλλαγή ιόντων

Σκοπός της αλκοολικής εκχύλισης είναι η απομάκρυνση των αδιάλυτων και άοργανων συστατικών του προϊόντος του εμπορίου, τα οποία σε μερικές περιπτώσεις μπορούν να διαταράξουν τη δοκιμή της βιοδιασπασιμότητας.

2.1.2. Διαδικασία ανταλλαγής ιόντων

Για να είναι ακριβείς οι δοκιμές της βιοδιασπασιμότητας, πρέπει να απομονώνονται και να χωρίζονται τα μη ιονικά τασιενεργά συστατικά από το σαπούνι και από τις ανιονικές και κατιονικές τασιενεργές ουσίες.

Το αποτέλεσμα αυτό επιτυγχάνεται χάρη στην εφαρμογή μιας τεχνικής ανταλλαγής ιόντων που χρησιμοποιεί μακροπορώδη ανταλλάκτρια ρητίνη και κατάλληλο εκλυοτικό μέσο, που επιτρέπει την κλασματική έκλυση. Το σαπούνι και οι ανιονικές και μη ιονικές τασιενεργές ουσίες απομονώνονται έτσι με μία μόνο ενέργεια.

2.1.3. Αναλυτικός έλεγχος

Αφού ομογενοποιηθεί το δείγμα, η περιεκτικότητά του άοργανου σε ανιονικές και μη ιονικές τασιενεργές ουσίες προσδιορίζεται σύμφωνα με την αναλυτική μέθοδο που αφορά την MBAS και την BiAs. Η περιεκτικότητά σε σαπούνι καθορίζεται με κατάλληλη μέθοδο.

Η ανάλυση αυτή του προϊόντος είναι απαραίτητη για τον υπολογισμό των απαιτούμενων ποσοτήτων για την παρασκευή των κλαμάτων που προορίζονται για τις δοκιμές της βιοδιασπασιμότητας.

Η ποσοτική εκχύλιση δεν είναι αναγκαία· ωστόσο, εκχυλίζονται τουλάχιστον 80 % των μη ιονικών τασιενεργών ουσιών. Συνήθως επιτυγχάνεται ποσοστό 90 % και περισσότερα.

2.2. Αρχή

Από ομογενές δείγμα (ακόνες, πολτούς ή κατάλοιπα εξοπλισμένων υγρών) λαμβάνεται αιθανολικό εκχύλισμα, το οποίο περιέχει τις τασιενεργές ουσίες, το σαπούνι και άλλα αλκοολοδιαλυτά συστατικά του δείγματος του άοργανου.

Το αιθανολικό εκχύλισμα εξάγεται μέχρι ξηρό και διαλύεται σε μίγμα ισοπροπανόλης/νερού. Το διάλυμα που προκύπτει περνά από μικτή διάταξη ισορροπίας οξίνου ανταλλάκτη κατιόντων και μακροπορώδη ανταλλάκτη ανιόντων, σε θερμοκρασία 323 K (50 °C). Η υψηλή αυτή θερμοκρασία εμποδίζει την καθίζηση των λιπαρών οξέων σε οξίνου περιβάλλον.

Οι μη ιονικές τασιενεργές ουσίες παραλαμβάνονται από το άπορρομα με εξάτμιση. Οικαιονικές τασιενεργές ουσίες, που μπορεί να διαταράξουν τη δοκιμή της βιοδιασπασιμότητας και την αναλυτική διαδικασία, απομακρύνονται από τον ανταλλάκτη κατιόντων που βρίσκεται πάνω από τον ανταλλάκτη των ανιόντων.

2.3. Χημικές ουσίες και συσκευές

2.3.1. Άπονιαμένο νερό.

2.3.2. Αίθανόλη 95 % κατ' όγκον ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) (επιτρέπεται να περιέχει μεθυλαιθυλοκετόνη ή μεθανόλη ως μεταωτικό).

2.3.3. Μίγμα ισοπροπανόλης-νερού (50/50 κατ' όγκον):

- 50 μέρη όγκου ισοπροπανόλης ($\text{CH}_3\text{CHOH.CH}_3$), και
- 50 μέρη όγκου νερού (2.3.1).

2.3.4. Διάλυμα οξίνου ανθρακικού αμμωνίου (60/40 κατ' όγκον): 0,3 mol NH_4HCO_3 σε 1 000 ml μίγματος ισοπροπανόλης/νερού, αποτελούμενο από 60 μέρη όγκου ισοπροπανόλης και 40 μέρη όγκου νερού (2.3.1).

2.3.5. Άνταλλάκτης κατιόντων (KAT), ισχυρά οξίνου, ανθεκτικός στην αλκοόλη (50-100 mesh).

2.3.6. Άνταλλάκτης ανιόντων (AAT), μακροπορώδης, Merck Lewatit, MP 7080 (70-150 mesh), η ισοδύναμος.

2.3.7. Υδροχλωρικό δξύ (10 % HCl κατά βάρος).

- 2.3.8. Σφαιρική φιάλη 2 000 ml με κωνικό στόμιο από εσωμυριμένο γυαλί και ψυκτήρα επαναφοράς.
- 2.3.9. Χωνί διηθήσεως διαμέτρου 90 mm, που να μπορεί να θερμαίνεται, για χάρτινους ήμβους.
- 2.3.10. Φιάλη κενού 2 000 ml.
- 2.3.11. Στήλες ανταλλακτών με θερμαντικό χιτώνιο και στρόφιγγα: εσωτερικός σωλήνας διαμέτρου 60 mm και ύψους 450 mm (σχήμα 4).
- 2.3.12. Υδρόλυντρα.
- 2.3.13. Πυρανθήριο κενού.
- 2.3.14. Θερμοστάτης.
- 2.3.15. Περιστροφικός εξερευνητής.

2.4. Παρασκευή του εκχυλίσματος και χωρισμός των μη ιονικών δραστικών ουσιών

2.4.1. Παρασκευή του εκχυλίσματος

Η προσότητα τασιενεργών ουσιών που άπαιτείται για τη δοκιμή της βιοδιασπασιμότητας είναι περίπου 25 g BiAS.

Κατά την παρασκευή των εκχυλίσματων για τις δοκιμές της βιοδιασπασιμότητας η χρησιμοποιούμενη ποσότητα του προϊόντος πρέπει να περιορίζεται σε 2 000 g το πολύ. Γι' αυτό μπορεί να χρειαστεί να επαναληφθεί πολλές φορές η κατεργασία μέχρι να προκύψει ποσότητα άρκητη για τη δοκιμή της βιοδιασπασιμότητας. Η πείρα έχει δείξει ότι μία σειρά περιορισμένων εκχυλίστων είναι προτιμότερη από την εκχύλιση μεγάλων ποσοτήτων.

2.4.2. Απομόνωση των αλκοολοδιαλυτών συστατικών

Προσθέτουμε 250 g του προς ανάλυση άπορρηπτικού σε 1 250 ml αιθανόλης και φέρνουμε το μίγμα στο σημείο βρασμού. Έπειτα το αποστάζουμε σε ψυκτήρα επαναφοράς επί μία ώρα, αναδύοντας το. Λιγότερο το θερμό αλκοολικό διάλυμα από διηθητικό χωνί με μεγάλους πόρους, προθερμασμένο σε θερμοκρασία 323 K (50 °C), με ισχυρή αναρόφηση. Πλένουμε τη φιάλη και το διηθητικό χωνί με περίπου 200 ml θερμής αιθανόλης. Περισπύλλουμε το διήθημα και το απόπλυμα στο ήμισυ σε φιάλη κενού.

Όταν τα προς ανάλυση προϊόντα είναι πολλοί ή όγρη, δεβαιώνουμε ότι το δείγμα δεν περιέχει περισσότερα από 25 g ανιονικές τασιενεργούς ουσίες και από 35 g σαπωνία. Εξατμίζουμε αυτό το ζυγισμένο δείγμα ώσπου να αποξηρανθεί τελείως. Διαλύουμε το υπόλειμμα σε 500 ml αιθανόλης και προχωρούμε όπως παραπάνω.

Στην περίπτωση σκόνης με χαμηλή φαινόμενη πυκνότητα (< 300 g/l) συνιστάται η αύξηση της αναλογίας της αιθανόλης κατά λόγο 20 : 1.

Εξατμίζουμε το διήθημα της αιθανόλης ώσπου να αποξηρανθεί τελείως, κατά προτίμηση με τη βοήθεια περιστροφικού εξερευνητή. Αν χρειάζεται μεγαλύτερη ποσότητα εκχυλίσματος, επαναλαμβάνουμε τη διαδικασία. Διαλύουμε το σύνολο των υπολειμμάτων σε 5 000 ml μίγματος ισοπροπανόλης/νερού.

2.4.3. Διαδικασία των στεγνών ανταλλαγής ιόντων

Στήλη ανταλλαγής κατιόντων

Θέτουμε 600 ml ρητίνη ανταλλαγής κατιόντων (2.3.5) σε ποτήρι βρασμού των 3 000 ml, και τη στεκάζουμε προσθέτοντας 2 000 ml υδροχλωρικό οξύ (2.3.7). Το αφήνουμε να ηρεμήσει, τουλάχιστον δύο ώρες, αναδύοντας το περιοδικά. Αποχύνουμε το οξύ και μεταφέρουμε τη ρητίνη στη στήλη (2.3.11) με άπιονισμένο νερό. Η στήλη πρέπει να έχει πόμα από υαλοβάμβακα. Πλένουμε τη στήλη με άπιονισμένο νερό, με παροχή 10-30 ml/min, ώσπου το απόπλυμα να μην περιέχει πια χλώριο. Έκτοπιζουμε το νερό με μίγμα 2 000 ml ισοπροπανόλης/νερού (2.3.3), με παροχή 10-30 ml/min. Η στήλη ανταλλαγής είναι έτοιμη για χρήση.

Στήλη ανταλλαγής ανιόντων

Θέτουμε 600 ml ρητίνη ανταλλαγής ανιόντων (2.3.6) σε ποτήρι βρασμού και τη στεκάζουμε τελείως προσθέτοντας 2 000 ml άπιονισμένο νερό. Αφήνουμε τον ανταλλάκτη να φουσκώσει τουλάχιστον δύο ώρες. Μεταφέρουμε τη ρητίνη στη στήλη με άπιονισμένο νερό. Η στήλη πρέπει να έχει πόμα από υαλοβάμβακα.

Πλένουμε τη στήλη με διάλυμα 0,3 M μονόξινου ανθρακικού αμμωνίου (2.3.4) ώσπου να φύγει τελείως το χλώριο, πράγμα που απαιτεί περίπου 5 000 ml διάλυμα. Πλένουμε κατόπιν τη στήλη με 2 000 ml άπιονισμένο νερό. Έκτοπιζουμε το νερό με μίγμα 2 000 ml ισοπροπανόλης/νερού (2.3.3), με παροχή 10-30 ml/min. Η στήλη ανταλλαγής έχει τώρα μορφή OH και είναι έτοιμη για χρήση.

2.4.4. Διαδικασία ανταλλαγής ιόντων

Συνδέουμε τις στήλες ανταλλαγής έτσι ώστε η στήλη ανταλλαγής των κατιόντων να βρίσκεται πάνω από τη στήλη ανταλλαγής των ανιόντων. Φέρνουμε τις στήλες σε θερμοκρασία 323 K (50 °C) με τη βοήθεια θερμοστάτη. Θερμαίνουμε 5 000 ml του διαλύματος που πρόκειται στο σημείο 2.4.2 στους 333 K (60 °C) και περνάμε το διάλυμα μέσα από την ομάδα των ανταλλακτών με ρυθμό 20 ml/min. Πλένουμε τις στήλες με θερμό μίγμα 1 000 ml ισοπροπανόλης/νερού (2.3.3).

Για να παραλάβουμε τις μη ιονικές τασιενεργούς ουσίες, περισπύλλουμε το εκλούσμα και το εκλούσμα του ήμισυ και τα εξατμίζουμε ώσπου να αποξηρανθούν τελείως, κατά προτίμηση με τη βοήθεια περιστροφικού εξερευνητή. Το υπόλειμμα περιέχει την BiAS. Προσθέτουμε άπιονισμένο νερό ώσπου να επιτευχθεί καθορισμένος όγκος και μετρούμε την περιεκτικότητα του συνόλου σε BiAS, σύμφωνα με την παράγραφο 3.3, σε ένα δείγμα. Το διάλυμα χρησιμοποιείται ως μητρικό διάλυμα των μη ιονικών τασιενεργών ουσιών για τη δοκιμή της βιοδιασπασιμότητας. Τα διάλυμα πρέπει να διορθώνονται σε θερμοκρασία κατώτερη από 278 K (5 °C).

2.4.5. Αναγέννηση των ανταλλακτών ρητίνων

Ο ανταλλάκτης των κατιόντων πεπτείται έπειτα από κάθε χρήση.

Αναγεννώνουμε τον ανταλλάκτη των ανιόντων περνώντας από τη στήλη διάλυμα περίπου 5 000-6 000 ml όξινου ανθρακικού αμμωνίου (2.3.4) με ρυθμό ροής περίπου 10 ml/min, ώσπου το απόρριμμα να θγαίνει απαλλαγμένο από ανιονικές τασιενεργούς ουσίες (δοκιμή κυανού του μεθυλενίου). Πλένουμε κατόπιν τον ανταλλάκτη ανιόντων με μίγμα 2 000 ml ισοπροπανόλης/νερού (2.3.3). Ο ανταλλάκτης ανιόντων μπορεί και πάλι να χρησιμοποιηθεί.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΜΗ ΙΟΝΙΚΩΝ ΤΑΣΙΕΝΕΡΓΩΝ ΟΥΣΙΩΝ ΚΑΤΑ ΤΗ ΔΟΚΙΜΗ ΤΗΣ ΒΙΟΔΙΑΣΠΑΣΙΜΟΤΗΤΑΣ

3.1. Αρχή

Οι τασιενεργοί ουσίες συγκεντρώνονται και απομακρύνονται με διάσπαση ρεύματος άερλου («gas stripping»). Η ποσότητα της τασιενεργού ουσίας στο χρησιμοποιούμενο δείγμα πρέπει να είναι της τάξεως των 250-800 μg.

Η συμπαρασυρόμενη τασιενεργός ουσία διαλύεται σε όξεο αιθυλεστέρα.

Αφού διοχωριστούν οι φάσεις και εξατμιστεί ο διαλύτης, η μη ιονική τασιενεργός ουσία κατακρημνίζεται σε υδατικό διάλυμα με τη βοήθεια του τροποποιημένου αντιδραστήριου του Dragendorff (KBil 4 + BaCl₂ + παγόμορφο όξεο οξύ).

Το ίζημα διηθείται, πλένεται με παγόμορφο όξεο οξύ και διαλύεται σε διάλυμα τρυγικού αμμωνίου. Το διαμύθιο που υπάρχει στο διάλυμα προσδιορίζεται ποτενσιμετρικά, με διάλυμα διεισκαρβαμικής πυρρολιδίνης με pH 4-5, χρησιμοποιώντας ένδεικτικό ηλεκτρόδιο από στυλινό λευκό-χρυσό και ηλεκτρόδιο αναφοράς καλομελάνος ή άργιρου/χλωριούχου άργιρου.

Η μέθοδος εφαρμόζεται στις μη ιονικές τασιενεργούς ουσίες που περιέχουν 6-30 ομάδες όξεων αλκυλενίων.

Το αποτέλεσμα της δοσιμετρίας πολλαπλασιάζεται με τον έμπειρικό συντελεστή 54, ώστε να εκφραστεί τα αποτελέσματα σε έννοιση αλκυλενίου συμπεκνωμένη με 10 ml όξειδίου του αιθυλενίου (NP 10).

3.2. Αντιδραστήρια και συσκευές

Τα αντιδραστήρια πρέπει να παρασκευάζονται με άπιονισμένο νερό.

3.2.1. Καθαρός όξεος αιθυλεστέρας, πρόσφατης αποστάξεως

3.2.2. Μονόξινου ανθρακικού νάτριο (NaHCO₃) (αναλυτικό αντιδραστήριο)

3.2.3. Άραιο υδροχλωρικό οξύ (HCl) (20 ml πυκνό υδροχλωρικό οξύ (αναλυτικό αντιδραστήριο) άραιωμένο με νερό μέχρι 1 000 ml).

3.2.4. Μεθανόλη (αναλυτικό αντιδραστήριο), πρόσφατης αποστάξεως, φυλαγμένη σε γυάλινη φιάλη.

3.2.5. Πορφυρούν δρωμοκρεοόλης 0,1 g σε 100 ml μεθανόλης

3.2.6. Κατακρημνιστικό αντιδραστήριο: μίγμα 2 όγκων του διαλύματος Α και 1 όγκου του διαλύματος Β. Το μίγμα διατηρείται σε φιάλη από σκούρο καστανό γυαλί και μπορεί να χρησιμοποιηθεί μέχρι μία εβδομάδα μετά την παρασκευή του.

3.2.6.1. Διάλυμα Α

Διαλύουμε 1,7 g βασικό νιτρικό διομύθιο (BiONO₃·H₂O) (αναλυτικό αντιδραστήριο) σε 20 ml παγόμορφο όξεο οξύ και συμπληρώνουμε με νερό ως τα 100 ml. Διαλύουμε έπειτα 65 g ιωδιούχο κάλιο (αναλυτικό αντιδραστήριο) σε 200 ml νερό. Αναμιγνύουμε τα δύο αυτά διαλύματα σε όγκομετρική φιάλη των 1 000 ml, προσθέτουμε 200 ml παγόμορφο όξεο οξύ (3.2.7) και συμπληρώνουμε με νερό ως τα 1 000 ml.

3.2.6.2. Διάλυμα Β

Διαλύουμε 290 g χλωριούχο βάριο (BaCl₂·2H₂O) (αναλυτικό αντιδραστήριο) σε 1 000 ml νερό.

3.2.7. Παγόμορφο όξεο οξύ 99-100 % (χαμηλότερες συγκεντρώσεις δεν είναι κατάλληλες).

3.2.8. Διάλυμα τρυγικού αμμωνίου: αναμιγνύουμε 12,4 g τρυγικό οξύ (αναλυτικό αντιδραστήριο) και 12,4 ml υδατικό διάλυμα αμμωνίας (αναλυτικό αντιδραστήριο) (d = 0,910 g/ml) και συμπληρώνουμε με νερό ως τα 1 000 ml (η χρησιμοποιούμενη ισοδύναμη ποσότητα τρυγικού αμμωνίου (αναλυτικό αντιδραστήριο)).

3.2.9. Διάλυμα αμμωνίας: άραιώνουμε 40 ml αμμωνίας (αναλυτικό αντιδραστήριο) (d = 0,910 g/ml) με νερό ως τα 1 000 ml.

3.2.10. Όξεο ρυθμιστικό διάλυμα: διαλύουμε 40 g στερεό υδροξείδιο του νατρίου (αναλυτικό αντιδραστήριο) σε 500 ml νερό σε ποτήρι βρασμού και το αφήνουμε να κρυώσει. Προσθέτουμε 120 ml παγόμορφο όξεο οξύ (3.2.7). Αναμιγνύουμε καλά, αφήνουμε να κρυώσει και μεταφέρουμε σε όγκομετρική φιάλη 1 000 ml συμπληρώνουμε ως τα 1 000 ml με νερό.

3.2.11. Διάλυμα διεισκαρβαμικής πυρρολιδίνης (καρβαμικό διάλυμα): διαλύουμε 103 mg μονοκρυσταλλικό διεισκαρβαμική πυρρολιδίνη (C₅H₈NNaS₂H₂O) σε περίπου 500 ml νερό, προσθέτουμε 10 ml π-αμιλική αλκοόλη (αναλυτικό αντιδραστήριο) και 0,5 g NaHCO₃ (αναλυτικό αντιδραστήριο) και συμπληρώνουμε με νερό ως τα 1 000 ml.

3.2.12. Διάλυμα θειικού χαλκού (για την τιτλοδότηση του 3.2.11).

Πυκνό διάλυμα

Διαλύουμε 1 249 g θειικού χαλκού (αναλυτικό αντιδραστήριο) CuSO₄·5H₂O σε 50 ml 0,5 M θειικού όξους και συμπληρώνουμε με νερό ως τα 1 000 ml.

Πρότυπο διάλυμα

Αναμιγνύουμε 50 ml πυκνό διάλυμα και 10 ml 0,5 M H₂SO₄ και συμπληρώνουμε με νερό ως τα 1 000 ml.

3.2.13. Χλωριούχο νάτριο (αναλυτικό αντιδραστήριο).

3.2.14. Συσκευή εκχύλισης των τασιενεργών ουσιών (βλ. σχήμα 5).

Η διάμετρος του δίσκου από εσωμυριμένο γυαλί πρέπει να είναι ίδια με την εσωτερική διάμετρο του κυλίνδρου.

3.2.15. Διαχωριστική χοάνη 250 ml.

3.2.16. Μαγνητικός αναδευτήρας με μαγνήτη 25-30 mm.

3.2.17. Κάβα διηθήσεως Gooch, με διάμετρο της διάτρητης βάσεως 25 mm, τύπου G 4.

3.2.18. Κυκλικά φίλτρα από ίνες υαλοβάμβακα: διάμετρος φίλτρου 27 mm, διάμετρος ινών 0,5-1,5 μm.

3.2.19. Δύο φίλρες κενού με στίλεχος και ελαστικό περιλαίμιο, 500 ml και 250 ml αντίστοιχως.

3.2.20. Ποτενσιόμετρο έγγραφης έφοδιασμένο με ένδεικτικό ηλεκτρόδιο από στυλινό λευκόχρυσό και ηλεκτρόδιο αναφοράς καλομελάνος ή άργιρου/χλωριούχου άργιρου, που να έκτερεί κλίμακα μετρήσεως 250 mV, και με αυτόματη προοείδα χωρητικότητας 20-25 ml, ή χειροκίνητη διάταξη.

3.3. Διαδικασία

3.3.1. Σχηματισμός και διαχωρισμός της τασιενεργού ουσίας

Διηθούμε το υδατικό δείγμα μέσα από χάρτινο ήμβο ποιοτικής ανάλυσεως. Πετούμε τα πρώτα 100 ml του διηθήματος.

Θέτουμε στη συσκευή εκχύλισης, που την έχουμε προηγουμένως ξεπλύνει με όξεο αιθυλεστέρα, μετρημένη ποσότητα του δείγματος, που να περιέχει από 250-800 μg μη ιονικής τασιενεργού ουσίας.

Για καλύτερο διαχωρισμό, προσθέτουμε 100 g χλωριούχο νάτριο και 5 g μονόξινου ανθρακικού νάτριο.

Αν ο όγκος του δείγματος ξεπερνά τα 500 ml, προσθέτουμε τα άλατα αυτά στη συσκευή διαχωρισμού υπό στερεά μορφή και τα διαλύουμε διοχετεύοντας άζωτο ή αέρα στη συσκευή.

Αν χρησιμοποιούμε δείγμα μικρότερου όγκου, διαλύουμε τα άλατα σε 400 ml νερό και έπειτα τα προσθέτουμε στη συσκευή εκχύλισης.

Προσθέτουμε νερό ώσπου η στάθμη να φτάσει τόν πάνω κρουνό.

Προσθέτουμε με προσοχή 100 ml δεικτικό αιθυλεστέρα στην επιφάνεια της υδατικής φάσεως. Γεμίζουμε την κλυσιγική φιάλη της εισόδου του αερίου (αζώτου ή αέρα) ως τα δύο τρίτα με δεικτικό αιθυλεστέρα.

Διοχετεύουμε στη συσκευή αέριο με ρυθμό ροής 30-60 l/h· συνιστάται η χρήση στροφομέτρου. Ο ρυθμός του αερισμού πρέπει να αυξάνεται στην αρχή προσδευτικά. Η παροχή του αερίου ρυθμίζεται με τέτοιο τρόπο ώστε οι φάσεις να μένουν καλά χωρισμένες, ώστε να περιορίζεται στο ελάχιστο η ανάμειξη των δύο φάσεων και η διάλυση του δεικτικού αιθυλεστέρα στο νερό. Διακόπτουμε την παροχή του αερίου έπειτα από πέντε λεπτά.

Αν ο όγκος της οργανικής φάσεως μειώνεται κατά περισσότερο από 20 % λόγω διαλύσεως στο νερό, επαναλαμβάνουμε τη διαδικασία μειώνοντας την παροχή του αερίου.

Χύνουμε την οργανική φάση σε διαχωριστική χοάνη. Ξαναχύνουμε στη συσκευή εκχύλισης το νερό που προέρχεται από την υδατική φάση και που ενδεχομένως θρίσκει στη διαχωριστική χοάνη· δεν πρέπει να υπάρχουν περισσότερα από μερικά ml. Διοχεύουμε τη φάση του δεικτικού αιθυλεστέρα μέσα από στεγνό χάρτινο ήμβο καιοτικής ανάλυσεως σε ποτήρι θραυσμού τόν 250 ml.

Χύνουμε πάλι 100 ml δεικτικό αιθυλεστέρα στη συσκευή εκχύλισης και διοχετεύουμε μέσα της άζωτο ή αέρα επί πέντε λεπτά. Παραχρτεύουμε την οργανική φάση στη διαχωριστική χοάνη που χρησιμοποιήθηκε για τόν πρώτο διαχωρισμό, περνομε την υδατική φάση και διοχεύουμε την οργανική φάση από τόν ίδιο ήμβο. Ξεπλύνουμε τη διαχωριστική χοάνη και τόν ήμβο με 20 ml περνού δεικτικού αιθυλεστέρα. Ξεπλύνουμε τόν εκχύλισμα τόν δεικτικό αιθυλεστέρα σε υδρόλυτρο (ιστία) μέχρι να αποχρύνει τελείως κατευθύνοντας ελαφρό ρεύμα αέρος προς την επιφάνεια τόν διαλύματος για να επιταχυνεί η ξήλωση.

3.3.2. Κατακρήμνιση και άνθωση

Διαλύουμε τόν ξηρό υπόλειμμα που προέρχεται από τόν σημείο 3.3.1 σε 5 ml μεθανόλης προσθέτουμε 40 ml νερό και 0,5 ml άραυό υδροχλωρικό οξύ (3.2.3) και άναμειγνύουμε τόν μίγμα με μαγνητικό άναδευτήρα.

Προσθέτουμε στο διάλυμα αυτό 30 ml κατακρήμνιστικό άντιδραστήριο (3.2.6) με όγκομετρικό κύλινδρο. Τό ίζημα σχηματίζεται με άνάδευση. Αφού άναδείσουμε επί δέκα λεπτά, άφηνουμε τόν μίγμα άκίνητο τουλάχιστον λεπτά.

Διοχεύουμε τόν μίγμα σε κύαα διηθήσεως Gooch, της όποιας ή δάση καλύπτεται με φίλτρο από ύαλο-άμβακα. Πλύνουμε έπειτα τόν φίλτρο, υπό ελαφρή άναρροφητική ύσπωση, με 2 ml περνού παγμόρφο οξύ δόξ. Έπειτα πλύνουμε καλά τόν ποτήρι, τη μαγνητική ράβδο και την κύαα με παγμόρφο οξύ δόξ (40-50 ml περνού). Δεν είναι άνάγκη να μεταφερθεί ποσοτικά στο φίλτρο τόν ίζημα που έχει προσκολληθεί στα τοιχώματα τόν ποτηριού, γιατί τόν διάλυμα τόν ίζηματος που προορίζεται για την τιτλοδότηση δά ξαναχρύνει στο ποτήρι, και τόν ίζημα που άπέμεινε δά ξαναδιαλύει.

3.3.3. Δάλυση τόν ίζηματος

Διαλύουμε τόν ίζημα στη διηθητική κύαα προσθέτοντας έν θερμό (περνού 353 K (80 °C)) διάλυμα τρυγικού άμμωνίου (3.2.8) σε τρία κλάσματα τόν 10 ml. Άφηνουμε κάθε κλάσμα άκίνητο για λίγα λεπτά μέσα στην κύαα προτού τόν διηθήσουμε στη φιάλη.

Χύνουμε τόν περιεχόμενο της φιάλης στο ποτήρι όπου έγινε ή κατακρήμνιση. Ξεπλύνουμε τα τοιχώματα τόν ποτηριού με 20 ml διάλυμα τρυγικού άμμωνίου για να διαλυθεί τόν υπόλοιπο ίζημα.

Πλύνουμε έπιμελώς την κύαα, τόν στέλεχος και τη φιάλη με 150-200 ml νερό, τόν όποιο και ξαναχύνουμε στο ποτήρι που χρησιμοποιήθηκε για την κατακρήμνιση.

3.3.4. Τιτλοδότηση

Αναδεύουμε τόν διάλυμα με μαγνητικό άναδευτήρα (3.2.16), προσθέτουμε μερικές σταγόνες πυροφύρο θρωμοκρεσόλης (3.2.5) και προσθέτουμε τόν άραυό διάλυμα της άμμωνίας (3.2.9) όπου να προκύψει χρώμα διαλεί (τό διάλυμα είναι ελαφρά όξίνα λόγω τόν οξείκου όξος που άπέμεινε από τόν ξήλωση).

Προσθέτουμε έπειτα 10 ml οξύ δόξικό ρυθμιστικό διάλυμα (3.2.18), θερμίζουμε τα ηλεκτρόδια στο διάλυμα και τιτλοδοτούμε ποτενομετρικά με τόν καρβαμικό διάλυμα ως πρότυπο (3.2.11), κατά την τιτλοδότηση, τόν ρόμφο της πορτοχόας πρέπει να είναι μέσα στο διάλυμα. Η ταχύτητα της τιτλοδότησεως δεν πρέπει να ξεπερνά τα 2 ml/min.

Τό σημείο ίσοδυναμίας είναι ή τομή τόν έραπτομένων τόν δύο τμημάτων της καμπύλης τόν δυναμικού. Σε μερικές περιπτώσεις δά διαπιστώνει ότι ή καμπή της καμπύλης τόν δυναμικού πλαταίνει, πράγμα που θεραπεύεται με τόν έπιμελή καθαρισμό τόν ηλεκτροδίου λευκοχρόσου (γυάλισμα με σμυριδόχαρτο).

3.3.5. Λευκή δοομετρία

Ταυτόχρονα, κάνουμε μία λευκή δοομετρία, επαναλαμβάνοντας όλόκληρη τη διαδικασία, με 5 ml μεθανόλη και 40 ml νερό, σύμφωνα με τις όδηγίες τόν σημείου 3.3.2. Η λευκή δοομετρία πρέπει να μένει καλύτερη από 1 ml· άλλως είναι ύποπτη ή καθαρότητα τόν άντιδραστηρίων (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10), και ιδιαίτερα ή περιεκτικότητα τους σε θάρια μέταλλα, και πρέπει να άντικατασταθούν. Στόν ύπολογισμό τόν άποτελεσμάτων πρέπει να ληφθεί όπόψη ή λευκή δοομετρία.

3.3.6. Έλεγχος τόν συντελεστή τόν καρβαμικό διαλύματος

Υπολογίζουμε καθμερινά τόν συντελεστή που άντίστοιχεί στο καρβαμικό διάλυμα πριν τη χρησιμοποίηση του. Για τόν άκοπό αυτόν, δοομετρούμε 10 ml από τόν πρότυπο διάλυμα δεικού χόλκου (3.2.12) με τόν καρβαμικό διάλυμα, άφου προσθέσουμε 100 ml νερό και 10 ml οξύ δόξικό ρυθμιστικό διάλυμα (3.2.10). Άν ή χρησιμοποιομένη ποσότητα είναι «α» ml, ό συντελεστής f καθορίζεται ως έξης:

$$f = \frac{10}{a}$$

και όλα τα άποτελέσματα τόν δοομετρίων κολλαπλοσάονται με αυτόν τόν συντελεστή.

3.4. Υπολογισμός τόν άποτελεσμάτων

Κάθε μη ίονική τασιενεργός ούσία έχει τόν δικό της συντελεστή, άνάλογα με τη σύνθεσή της. Ίδιος άνάλογα με τόν μήκος της άλυσίδας τόν άλκενοξείδιων. Οι συγκεντρώσεις τόν μη ίονικών τασιενεργών ούσιών εκφράζονται σε σχέση με μία ούσία άναφοράς, μία έννεύλοφαίνόλη με 10 μονάδες αιδυλενοξείδιου (NP 10), για την όποια ό συντελεστής μετατροπής ίσοται με 0,054.

Η ποσότητα της τασιενεργού ούσίας που περιέχει τόν δείγμα εκφράζεται με τη όθδεση αυτού τόν συντελεστή, ως έξης:

$$(b-c) \cdot f \cdot 0,054 = \text{mg μη ίονικής τασιενεργού ούσίας υπό μορφή mg ίσοδυνάμου NP 10}$$

όπου:

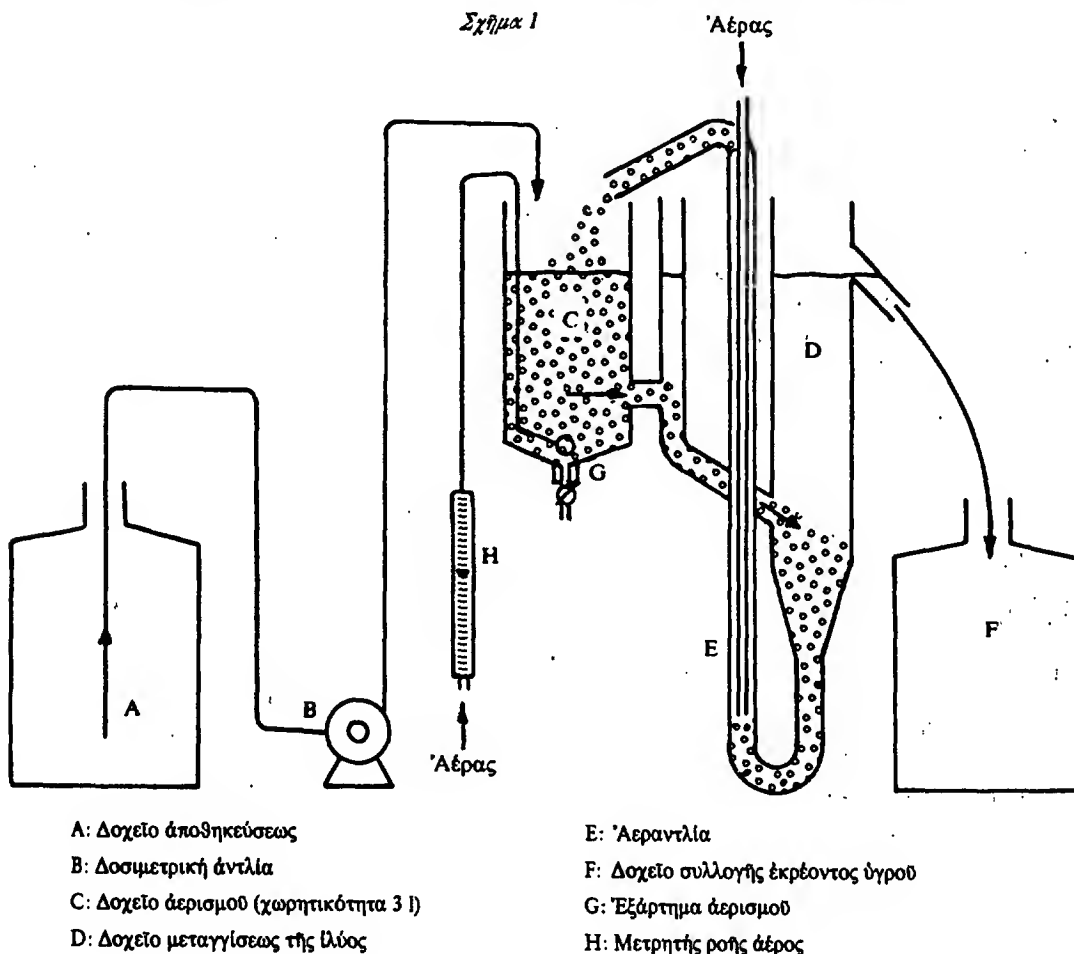
b = όγκος τόν καρβαμικό διαλύματος που χρησιμοποήθηκε για τόν δείγμα (ml),

c = όγκος τόν καρβαμικό διαλύματος που χρησιμοποήθηκε για τη λευκή δοομετρία (ml),

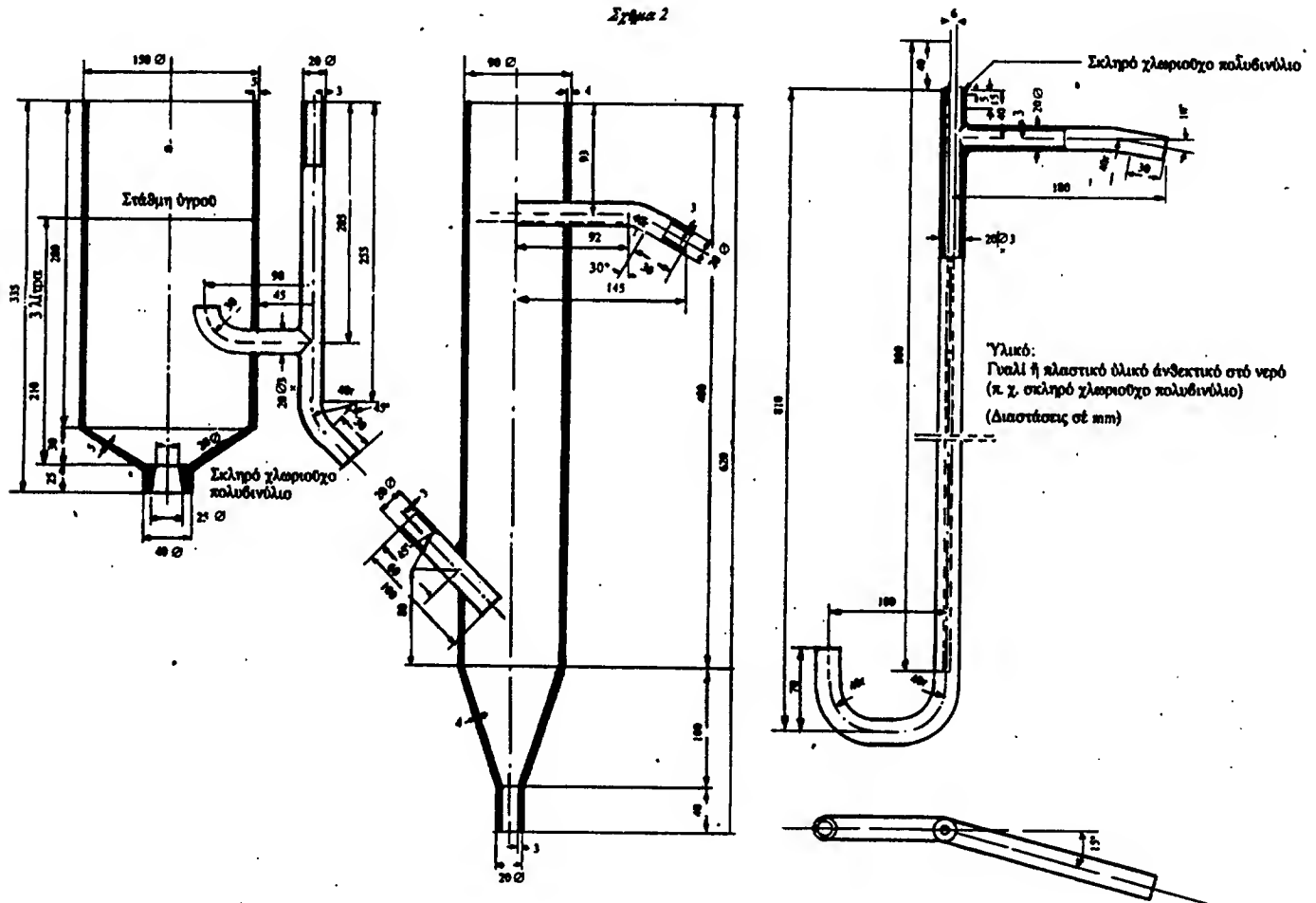
f = συντελεστής τόν καρβαμικό διαλύματος.

3.5. Έκφραση τόν άποτελεσμάτων

Τα άποτελέσματα εκφράζονται σε mg/l υπό μορφή ίσοδυνάμου NP 10 με άκρίδεια 0,1 mg.

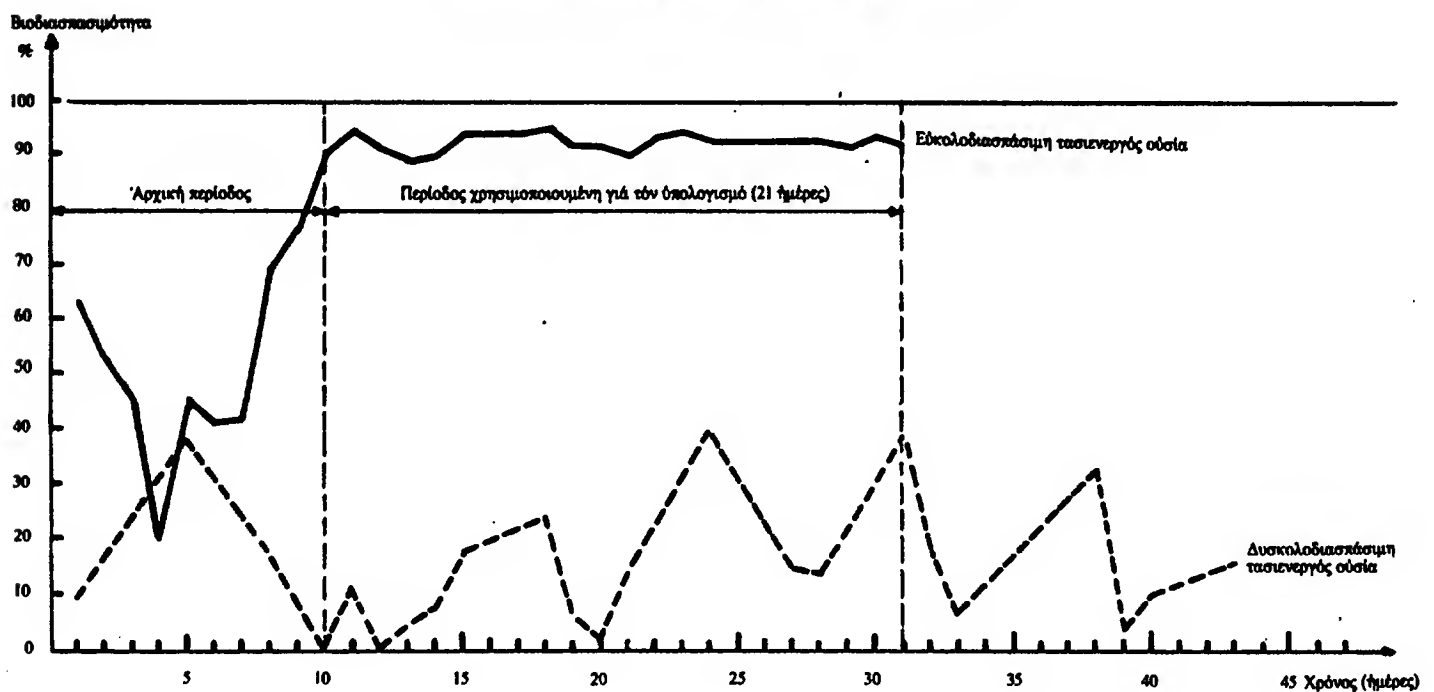


Σχῆμα 2



Σχῆμα 3

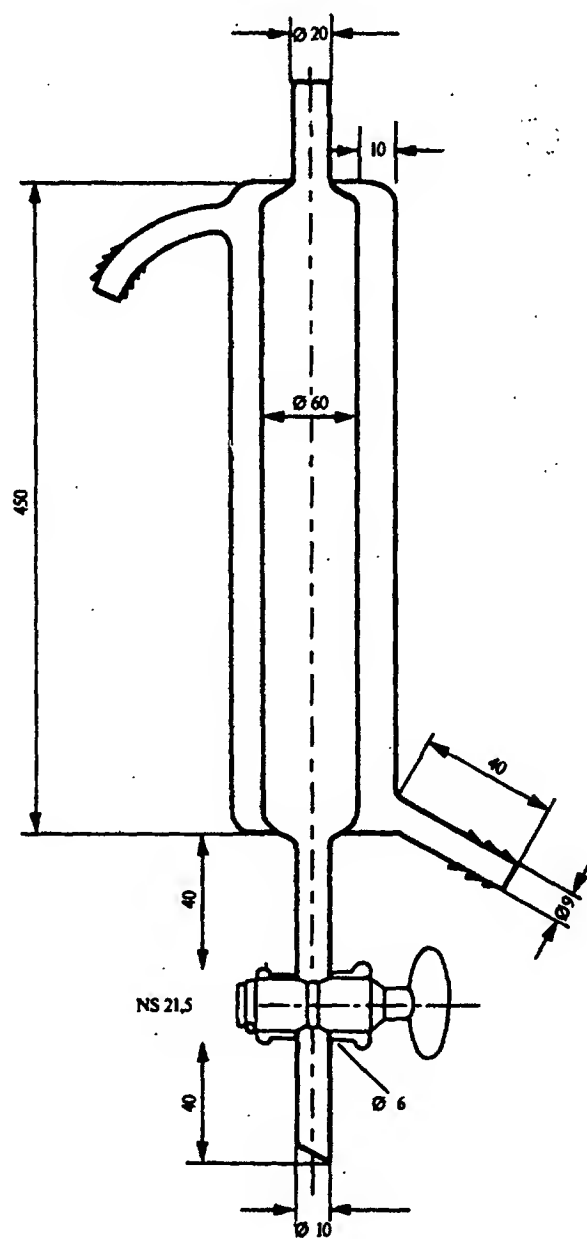
Υπολογισμός της βιοδιασπασιμότητας — Δυναμική δοκιμή προσομοίωσης



Σχήμα 4

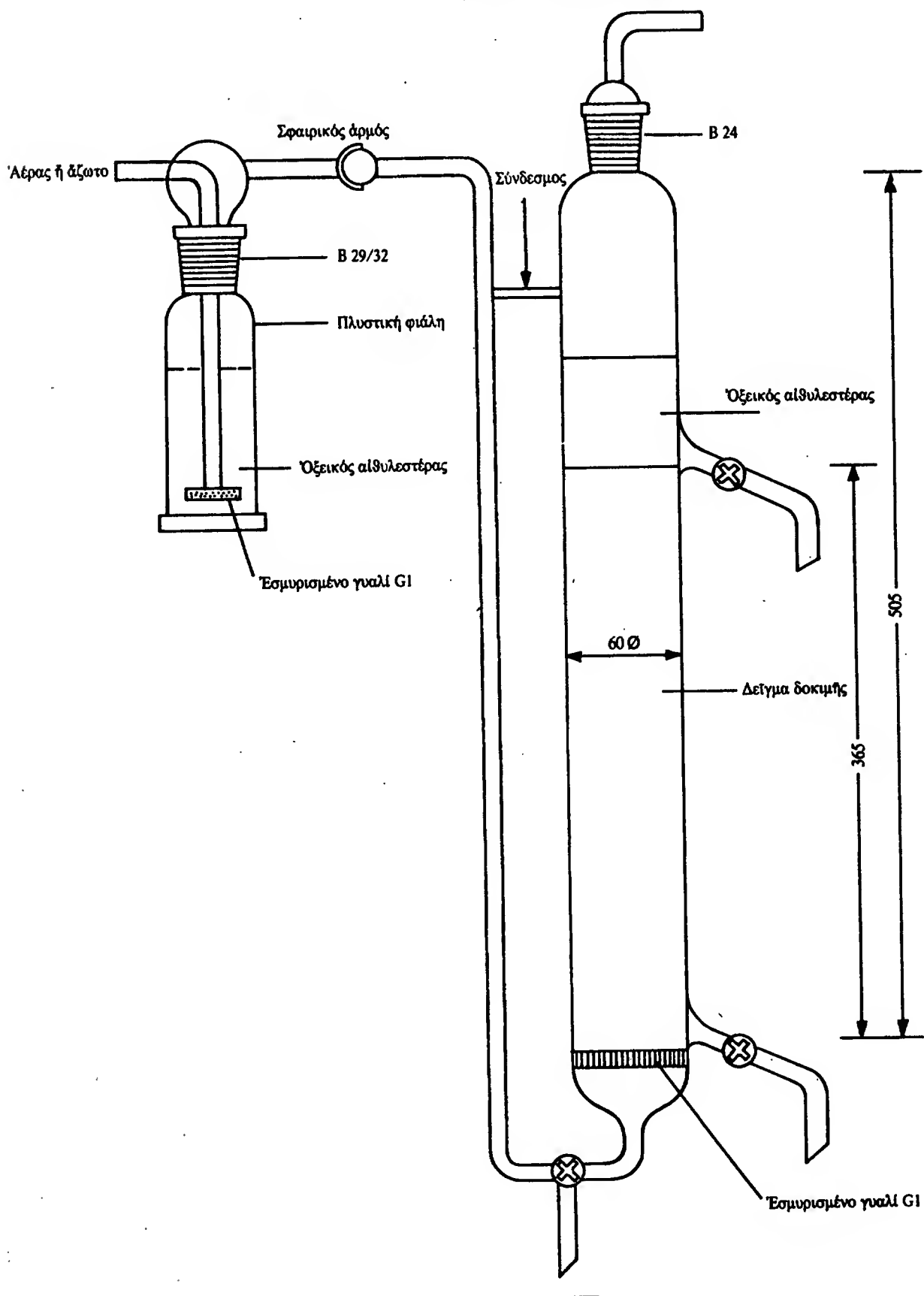
Θερμαινόμενη στήλη άντλησης

(Διαστάσεις σε mm)



Σχήμα 5

Συσκευή εκχύλισης τασιενεργών ουσιών
(Διαστάσεις σε mm)



Άρθρο 8.

Η απόφαση αυτή αρχίζει να ισχύει από τη δημοσίευσή της στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως. Από την ίδια ημερομηνία καταργείται το Π.Δ. 446/83 καθώς και κάθε άλλη διατάξη που αντίκειται σ' αυτήν.

Ο Πρόεδρος

ΣΤ. ΧΑΪΤΖΗΓΙΑΝΝΑΚΟΣ

Ο Γραμματέας κ.α.α.

ΕΛΕΝΗ ΚΑΤΣΟΥΛΗ

Τα Μέλη

Ζωή Ξανδάκη-Βαρλά, Π. Κώτης, Ευάγγ. Τσιγαρίδας,

Διον. Φραγκάτος, Αδ. Κουτίνας.

Εγκρίνουμε την παραπάνω απόφαση του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου καθώς και τη δημοσίευσή της στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως και ορίζουμε ότι θα αρχίσει η ισχύς της από την ημέρα που θα δημοσιευθεί.

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 27 Μαΐου 1986

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΥΠΟΥΡΓΟΣ ΕΘΝ. ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ

ΓΙΑΝΝΟΣ ΠΑΠΑΝΤΩΝΙΟΥ

ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΕΣ

ΔΗΜΗΤΡΗΣ ΤΣΟΒΟΛΑΣ

